

Posudek oponenta diplomové práce

Univerzita Pardubice	
Fakulta	Fakulta chemicko-technologická
Studijní program	N0711A130013 Chemické a procesní inženýrství,
Specializace	Ochrana životního prostředí
Student	Bc. Aneta Fendrichová
Diplomová práce (název)	Voltametrické stanovení fungicidu metalaxylu
	Voltammetric determination of fungicide metalaxyl
Oponent	prof. Ing. Tomáš Navrátil, PhD.
Školitel	doc. Ing. Renáta Šelešovská, Ph.D.
Konzultant	MSc. Oleksandr Matvieiev
Pracoviště oponenta	Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.

Předkládaná diplomová práce je psána v jazyce českém a je členěna v souladu požadavky na kvalifikační práci tohoto typu (Anotace, Klíčová slova, Seznam symbolů a zkratk, Teoretická část, Experimentální část, Výsledky a diskuse, Závěr, Literatura).

Předkládaná diplomová práce je věnována studiu voltametrického chování fungicidu metalaxylu (ML) a vývoji metody pro jeho stanovení s využitím borem dopované diamantové (BDD) elektrody a nového tištěného senzoru s touto pracovní elektrodou. Pro tyto účely byla aplikována, diferenční pulzní a square wave voltametrie. Vyvinutá metoda stanovení byla aplikována při analýze modelových roztoků ML a přírodních vod. Vzhledem k nízkým koncentracím pesticidů v povrchových vodách byl navržen postup zakoncentrování vzorku. Na závěr byl SP/BDDE aplikován v průtočné cele při analýze ML s využitím injekční průtokové analýzy s elektrochemickou detekcí.

Dotazy k obhajobě

- Str. 35: Aplikované parametry SVW a DPV byly poměrně srovnatelné, přesněji DPV 16,7 Hz a SWV 30 Hz. V případě SWV bývají běžně aplikovány podstatně vyšší frekvence. Proč se autorka omezila na nižší testovaný rozsah?
- Je nějaké vysvětlení pro malý pík u cca +1500 mV na Obr. 21A-C?
- Obr. 17: Byly srovnávány stejné koncentrace silných kyselin a vzhledem k jejich sytnosti a aktivitním koeficientu o různém pH. Proč byla jako základní elektrolyt použita poměrně komplikovaná kyselina sírová 0,1 M (aktivitní koeficient 0,265) a nikoliv třeba kyselina dusičná (aktivitní koeficient 0,791)?
- Výsledky v Tabulce 5 je potřeba uvést do souladu se statistickými pravidly. Nejnižší bod *LDR* nemůže být pod *LOD*, dokonce ani pod *LOQ*. *LOD* je nejnižší bod, kde jsme schopni odlišit signál od náhodného šumu přístroje a metody. Výsledky mezi *LOD* a *LOQ* je možné vydat jako kvalitativní (je přítomen, není přítomen), ale nikoliv kvantifikovat. *LOQ* je definován jako nejnižší koncentrace analytu, která může být stanovena s požadovanou hodnotou nejistoty. U koncentrací vyšších, než *LOQ* je možné vydávat kvantitativní výsledek. Tedy nejnižší bod *LDR* musí být větší nebo roven koncentraci *LOQ*.

Drobné komentáře, náměty, připomínky:

- Jednopísmenné předložky a spojky se neponechávají osamocené na konci řádku.
- Str. 20, Obr 5.: 1-2 s před pulzem nejsou typické pro dnešní přístroje. Na druhou stranu, vodorovný průběh potenciálu nebýval aplikován v analogově řízených analyzátoch.
- Screen Printed Electrodes (sítotisková elektroda) a Solid Phase Extraction (extrakce tuhou fází) mají bohužel stejnou zkratku (používanou v textu), tj. SPE.
- Str. 22, ř. 58: Toxicita kapalné rtuti je naprosto minimální (oproti parám nebo jejím rozpustným sloučeninám).
- Str. 22, ř. 17: Vzhledem k dlouhé životnosti Pt nebo Au elektrody je její cena téměř zanedbatelná.
- Str. 27, ř. 6: Co si představit pod pojmem “převodu interakce na čitelný signál”. Proud procházející mezi elektrodami už tímto signálem je. Jeho pouhé zesílení bych nenazýval transdukcí. Nemyslí se tím OZ v zapojení proud napětí.
- Str. 28, ř. 7: Tixotropní, nikoliv toxotropní.
- Str. 29, ř. 3? Co si lze představit pod pojmem “nízká cena“?
- Str. 32, Tabulka 2 a další: Pro lepší přehlednost by bylo vhodnější vyjadřovat *LOD* v nmol/l nebo v $\mu\text{mol/l}$.
- *LOD* a *LOQ* by mělo být psáno kurzívou.
- Pokud již byla zkratka v textu uvedena, není potřeba ji uvádět opakovaně (BDDE- Str. 26, ř. 1 a Str. 33, ř. 15). První výskyt zkratky BDDE je ještě před jejím zavedením, str. 25, ř. 15.
- Str. 33: Skutečně byla plocha jak BDDE tak SP/BDDE shodná na 3 platné cifry, tj. $7,07 \text{ mm}^2$?
- Str. 36: Je injekční stříkačka dostatečně odolná vůči ml 1 mol/l H_2SO_4 .
- Str. 37: Eluce pomocí extrakce tuhou fází je poněkud nepřehledné. Pravděpodobně chybí aplikace elučního činidla.
- V celém textu: „řídící“ děj je jen, když něco řídí, pokud se jedná o označení typu děje, pak se jedná o děj „řídící“ (podobně „měřící“ přístroj, když měří atd.).
- Např. Str. 42 a 43, Tabulka 6. aj.: Výsledek se zaokrouhuje na 2 platná místa intervalu spolehlivosti (Miller, J. N.; Miller, J. C., Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry, druhé vydání ed.; Pearson Education: Harlow, 2005.). Místo $2,9174 \pm 0,0101$ má být $2,917 \pm 0,010$; místo 3641 ± 260 má být 3640 ± 260 . Obdobně Tabulka 4 místo 224 ± 106 má být 220 ± 110 a Str. 66, rce 9: Místo $I_p [\text{nA}] = (101,65 \pm 1,076) c [\mu\text{mol/l}] + (-34,019 \pm 6,25)$ má být $I_p [\text{nA}] = (101,7 \pm 1,1) c [\mu\text{mol/l}] + (-34,0 \pm 6,3)$. Chybí informace o hladinách významnosti, na nichž je spočítán interval spolehlivosti.
- Str. 42, ř. 25: „absorpce“ se odehrává uvnitř, zde se jedná o povrchovou adsorpci.
- Jak vysvětlit, že potenciál píku v případě analýzy modelových vzorků říční vody se posunul o 100 mV do pozitivní oblasti?
- Jakou koncentraci měly skutečně analyzované zakoncentrované modelové vzorky o původní koncentraci $5,0 \times 10^{-8} \text{ mol/l}$ (Str. 59, ř. 14). Tato koncentrace je ale pod *LOQ* podle Tabulky 5 ($5,5 \times 10^{-8} \text{ mol/l}$). Proto tato koncentrace mohla být kvantifikována pouze v zakoncentrované podobě.

Shrnutí:

Oceňuji objem vykonané práce. Práce shrnuje výsledky poměrně značného experimentálního úsilí, je srozumitelně a přehledně sepsána. Její členění je odpovídající. Použité přístupy řešení problémů jsou odpovídající a nelze principiálně nic namítat ani proti interpretaci výsledků.

Důkladná literární rešerše poskytla autorce dobré východisko pro následné experimenty (80 citací). Dle mého názoru, veškerá použitá literatura byla řádně citována. Domnívám se, že cíl práce byl splněn a metodický přístup k řešení považuji za odpovídající.

Všechny uváděné poznámky a komentáře je možno považovat spíše za formální, doplňující a mají sloužit autorce k podpoře dalších vědeckých postupů. Nenalezl jsem žádnou závažnou chybu, která by bránila úspěšnému přijetí této diplomové práce.

Podle mého názoru, založeném na předložené diplomové práci Bc. Anety Fendrichové, jmenovaná prokázala, že je schopna samostatné práce, prokázala dostatečné tvůrčí schopnosti v dané oblasti výzkumu a jsem přesvědčen, že její práce splňuje požadavky kladené na diplomovou práci v daném oboru. Tím podle mého splnila všechny předpoklady pro úspěšné přijetí této diplomové práce, a proto práci k obhajobě

doporučuji.

Navrhovaná celková klasifikace: **A**

.....
prof. Ing. Tomáš Navrátil. Ph.D.
Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.

V Praze 1. 5. 2023