

Oponentský posudok na diplomovú prácu Bc. Michaely Rogozinskej na tému „Voltametrické stanovení herbicidu metribuzinu s využitím stříbrné pevné amalgámové elektrody”

Bc. Michaela Rogozinská, v rámci ukončenia inžinierskeho štúdia na *Ústave environmentálneho a chemického inžinýrství Fakulty chemicko-technologické Univerzity Pardubice* vypracovala v školskom roku 2014/2015 diplomovú prácu s názvom „*Voltametrické stanovení herbicidu metribuzinu s využitím stříbrné pevné amalgámové elektrody*”.

Diplomová práca sa zaoberá novými možnosťami elektroanalytického stanovenia herbicidu metribuzinu v poľnohospodárskych prípravkoch, komunálnych a riečnych vodách využitím striebornej pevnej amalgámovej elektródy v dvoch rôznych modifikáciách (leštená a ortuťovým meniskom modifikovaná). Elektroanalytické metódy využívajúce amalgámové elektródy môžu poskytnúť neoceniteľné služby pri monitorovaní rozličných biologicky aktívnych zlúčenín významných z hľadiska environmentálnej chémie. Ako citlivá elektrochemická technika bola použitá diferenčná pulzová voltampérometria, ktorá ponúka možnosti stanovenia príslušného analytu na stopových až ultrastopových koncentračných hladinách.

Diplomová práca je logicky rozdelená podľa zvyklostí pre vypracovanie tohto typu práce. Má vhodnú štruktúru aj s patričným rozsahom a dobrou jazykovou úrovňou textu. Písomné prevedenie je na výbornej úrovni.

V teoretickej časti práce sa autorka venuje problematike polarografie a voltampérometrie s ohľadom na tradičné (ortuť) a perspektívne elektródové (amalgám) materiály a opisuje princípy základných voltampérometrických techník (CV, LSV a DPV). Dôležitou časťou je aj rozdelenie pesticídov podľa pôsobenia na biologického činiteľa, ich kontroly v súlade s legislatívnymi požiadavkami EÚ a dopadu na životné prostredie a zdravie človeka. Osobitná pozornosť je kladená na študovaný analyt – metribuzin z pohľadu fyzikálno-chemických a toxikologických vlastností, mechanizmus redoxných reakcií a možnosti jeho elektroanalytického stanovenia prevažne na ortuťových elektródach. Táto časť je spracovaná veľmi podrobne, čo svedčí o autorkinom výbornom zvládnutí danej problematiky. Vypracovaný prehľad môže byť v budúcnosti použitý ako pomôcka pri ďalšej experimentálnej práci pri elektroanalytickom stanovení pesticídov.

V experimentálnej časti práce sa autorka zaoberá štúdiom elektrochemického správania metribuzinu na strieborných pevných amalgámových elektródach v dvoch modifikáciách (leštená a ortuťovým meniskom modifikovaná) a študuje vplyv pH a polarizačnej rýchlosti na prúdovú odozvu redukčných píkav analytu. Výsledky týchto štúdií porovnáva s tými, ktoré boli dosiahnuté na ortuťovej elektróde. V ďalšej časti autorka optimalizuje parametre DPV vrátane akumuláčného času a potenciálu. Výkonnosť vyvinutej analytickej metódy v prípade oboch modifikácií strieborných pevných amalgámových elektród bola demonštrovaná výbornou citlivosťou a nízkou hodnotou LD na submikromolárnej úrovni. Pre účely praktickej aplikovateľnosti metódy bolo vykonané aj rozsiahle interferenčné štúdium, pričom bola pozornosť venovaná interferentom prevažne sa nachádzajúcich vo

vzorkách environmentálneho charakteru. Výsledky analýzy reálnych a modelových vzoriek potvrdili, že metóda vypracovaná autorkou predkladanej diplomovej práce je z analytického hľadiska správna a potvrdenie jej platnosti z hľadiska validácie je nespochybniteľné. Navrhnuté metódy a postupy využívajúce amalgámové elektródy sú navyše významným príspevkom v oblasti vývoja a aplikácie nových elektródových materiálov na riešenie problémov súvisiacich so stanovovaním stopových koncentrácií požadovaného analytu v oblasti environmentálnej chémie.

K predloženej diplomovej práci mám niekoľko drobných komentárov a pripomienok:

1. V niektorých prípadoch chýba medzi číselnou hodnotou a jej jednotkou medzera, napr. str. 48 a 49 ($0,1\text{mol L}^{-1}$, $0,04\text{mol L}^{-1}$)
2. R^2 nie je korelačný koeficient (viď uvádzanie na str. 57, 59 a 65), ale koeficient determinácie (R je korelačný koeficient ako správne autorka udáva v zozname skratiek).
3. Prečo sa autorka rozhodla používať resp. uprednostnila DPV techniku pred napr. SWV, ktorá niekoľkonásobne rýchlejšia a vo väčšine prípadoch považovaná za citlivejšiu techniku?
4. Skúšala autorka študovať aj elektrochemické správanie sa metribuzinu v oblasti kladných potenciálov napr. využitím uhlíkových elektródových povrchov (CPE, GCE, BDD)? Eventuálne by bolo možné vykonať elektroanalytické stanovenie na základe jeho oxidačných pík (viď príklad pikloramu).
5. Aká bola stabilita (z pohľadu času) zásobného (štandardného) roztoku metribuzinu?

Uvedené pripomienky a komentáre však nijakým spôsobom neznižujú kvalitu predkladanej diplomovej práce. Je nespochybniteľné, že za uvedenými výsledkami stojí veľký počet experimentov, z tohto pohľadu oceňujem množstvo odvedenej autorkinej práce. Diplomová práca Bc. Michaely Rogozinskej je napísaná na výbornej úrovni a preto ju odporúčam na obhajobu a hodnotím ju známku:

„výborný (A)“.

V Bratislave 17. 5. 2015

doc. Ing. Lubomír Švorc, PhD.

Ústav analytickej chémie FCHPT STU v Bratislave