



Univerzita
Pardubice
Fakulta
chemicko-technologická

Posudek vedoucího diplomové práce

Název tématu: Optimalizace mikrovlnné extrakce pro potřeby stanovení Si a B ve vybraných vzorcích metodami AAS a ICP-MS

Autor: Bc. Tereza Cahová
Studijní obor: Analytická chemie

Diplomová práce byla věnována optimalizaci podmínek mikrovlnné extrakce Si a B z pevných vzorků hnojiv a vzorků životního prostředí s obsahem analytu nižším než 1 % (m/m) pomocí fluoridu amonného pro potřeby přesného a správného stanovení metodami optické atomové absorpční (AAS), emisní (ICP-OES) a hmotnostní (ICP-MS) spektrometrie. Pro stanovení obou analytů v dané oblasti koncentrací již zpravidla nedostačuje detekční schopnost metod atomové spektrometrie, které nevyžadují rozklad vzorku, jako např. rentgen fluorescenční spektrometrie. Použití klasických metod přípravy vzorku, např. mineralizace v přítomnosti kyseliny fluorovodíkové je spojeno se ztrátou analytu v důsledku vzniku těkavých SiF_4 či BF_3 ; postupy využívající alkalického tavení vzorku jsou časově náročné. Ve srovnání s kyselinou fluorovodíkovou poskytuje fluorid amonný při reakci s křemičitany či boritany termicky stabilnější molekuly, je dostupný ve vysoké čistotě a je výrazně méně toxický. Navržená metoda pak představuje jednoduchou, účinnou, rychlou, ekologicky šetrnou a ekonomicky výhodnou alternativu ke stávajícím, v analytické praxi zavedeným postupům.

V teoretické části práce se autorka věnuje problematice přípravy vzorku k analýze, detailnímu popisu faktorů limitujících analýzu pevných vzorků a suspenzí a možnostem využití vybraných metod atomové spektrometrie pro stanovení Si a B. V experimentální části byl zpracován přehled použité instrumentace, uveden seznam použitých chemikálií, analyzovaných vzorků, postup přípravy roztoků a vzorků a shrnuty optimalizované parametry měření. V kapitole výsledky a diskuze je zachycena optimalizace vyvíjeného postupu. Vliv navážky, objemu extrakčního činidla, teploty a doby extrakce na výsledky stanovení byl studován za využití metod DOE (Design of Experiment). Tyto metody umožňují za použití zkráceného faktorového plánu posoudit vliv sledovaných faktorů při výrazné redukci experimentálních pokusů. Pro optimální velikost navážky byly následně pomocí plného faktorového plánu (3^4) při aplikaci třífaktorové analýzy rozptylu nalezeny optimální parametry zbývajících faktorů limitujících výsledky extrakce (objemu extrakčního činidla, teploty a doby extrakce). Správnost a přesnost metody byla ověřena pomocí dostupných certifikovaných referenčních materiálů. V závěru práce jsou shrnuty dosažené výsledky a uvedeny základní charakteristiky navržené metody.

Po formální stránce je diplomová práce psána přehledně a srozumitelně. Diplomantka prokázala experimentální zručnost, přistupovala k řešení všech dílčích úkolů diplomové práce zodpovědně. Při zpracování diplomové práce shromáždila bezmála 190 literárních zdrojů i velký objem experimentálních dat. Podle mého názoru lze očekávat úspěšné zavedení navržené metody do rutinní analytické praxe.

Jelikož Bc. Tereza Cahová splnila zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Výborně.

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.

V Pardubicích 25. 5. 2014