

Oponent: Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice,
Studentská 573, 532 10 Pardubice

Posudek diplomové práce Bc. Terezy Cahové
„Optimalizace mikrovlnné extrakce pro potřeby stanovení Si a B ve vybraných vzorcích
metodami AAS a ICP-MS“

Diplomová práce je zaměřena na problematiku přípravy vzorku ke stanovení křemíku a boru na mokré cestě pomocí spektroskopických metod, které jsou v praxi v jejich analýze nejrozšířenější. Mikrovlnným polem asistovaná extrakce se nabízí jako zajímavá, rychlá a levná alternativa k běžně používaným klasickým rozkladům kyselinami, hydroxidy, alkalickému tavení, slinování i tlakovým rozkladům. Fluorid amonný může oproti kyselině fluorovodíkové podpořit a zrychlit rozpouštění některých prvků. Navíc je neutrální, méně korozivní a vykazuje nižší toxicitu než v geochemické analýze běžně používaná kyselina chlorovodíková. Z tohoto pohledu je mikrovlnná extrakce fluoridem amonným významným krokem směrem k environmentálně šetrným postupům prosazovaným konceptem zelené analytické chemie.

Teoretická část této práce řeší v širokém záměru problematiku přípravy vzorku ke stanovení křemíku a boru spektroskopickými metodami i samotné stanovení těchto prvků hmotnostní a optickou spektrometrií s buzením v indukčně vázaném plazmatu a atomovou absorpční spektrometrií s atomizací elektrotermickou a v plameni. Neobvykle vysoký počet citovaných prací svědčí o obtížnosti rutinního zvládnutí studovaného problému, stále aktuálnosti tématu a ovšem vysvětluje spíše povrchní zpracování literární části než vyústění do hlubšího rozboru tématu.

V praktické části je představen a zrealizován experimentální plán postavený na dvou modelech, které zahrnují faktory významné při mikrovlnné extrakci: navážka vzorku, množství extrakčního činidla, teplota a doba extrakce. Na základě statistického vyhodnocení optimalizačního experimentu je navržen postup extrakce, který je ověřen analýzou certifikovaných referenčních materiálů. Výsledková část je logicky členěna a nezbytně doplněna velmi kvalitním statistickým zpracováním dat a názornou grafickou přílohou. Komentáře výsledků a závěry jsou jasné.

K práci mám tyto připomínky a dotazy:

1. V práci se vyskytují drobné chyby, zvláště v psaní mezer mezi čísly a jednotkami. Již v úvodní kapitole (strana 9, 2. řádek 3. odstavce) je citována literatura nechronologicky ([24, 44-48]). Lze se také domnívat, že v práci chybí poslední stránky, neboť poslední uvedená citace je [183] a poslední odkaz v textu je [188]. Malé a nepříliš čitelné jsou popisy v obrázcích (obr. 12 – 26). Obrázky 23 – 26 se skládají každý ze 3 částí, které nejsou označené a lze se jen domnívat, co je jejich obsahem. Navíc není jasné, čeho se týká barevná škála – jde patrně o koncentrace prvků v extraktu? Došlo také k rozdělení obr. 20 a jeho popisu na 2 stránky.
2. V tabulce 2 (str. 26) nejsou uvedeny nejistoty certifikovaných hodnot standardních roztoků. K tabulce 5 (str. 36) jsou připojeny nejasné vysvětlivky týkající se teplotního programu mikrovlnné extrakce.
3. Práce je zdařilým příkladem praktického využití faktorové analýzy a metod plánování experimentu. Chybí ovšem hlubší pohled na chemickou podstatu věci, na souvislosti mezi sledovanými faktory a extrakční účinností, což by zvýšilo kvalitu práce.
4. Jaká je možnost praktického použití postupů DOE v rutinní laboratorní praxi? Je ekonomicky výhodné tyto postupy používat? Za jakých podmínek či pro jaké účely?
5. Na základě čeho lze usuzovat, že směrnice vodné kalibrace, kalibrace s fluoridem a standardního přídatku jsou shodné (obr. 27, str. 57)? Byl proveden nějaký statistický test?
6. Podle jakých kritérií bylo provedeno hodnocení výsledků analýzy certifikovaných referenčních materiálů? Ačkoliv je v práci konstatováno, že nalezené koncentrace jsou v dobré shodě s certifikátem, v případě křemíku 3 ze 7 materiálů nevyhovují podmínce, že uvedená hodnota patří do intervalového odhadu nalezené koncentrace (tab. 8, str. 59). Dále není uvedeno, že u 3 materiálů se jedná (u obou prvků) o indikativní, nikoliv certifikované hodnoty.

Vzhledem k obsahu práce mohu konstatovat, že Bc. Tereza Cahová splnila úkoly vyplývající ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

V ý b o r n ě - m

Pardubice, 28. května 2014

Ing. Anna Krejčová, Ph.D

