

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Tomáše KLEMENTA

„Ultrazvuková extrakce a stanovení látek v bezdýmých praších“

Úkolem diplomanta bylo zpracovat literární rešerši týkající se extrakce a stanovení látek obsažených v praších. Cílem experimentální části práce bylo optimalizovat metodu ultrazvukové extrakce (USE) využívající ultrazvukovou sondu pro izolaci látek z bezdýmých prachů s následnou analýzou extraktů metodou GC-MS. Optimalizovanou metodu na základě analýzy reálných vzorků porovnat s normovanou metodou založenou na principu extrakce v Soxhletově extraktoru.

V teoretické části diplomant zpracoval základní informace týkající se energetických materiálů, mezi které patří i bezdýmné prachy, popsány jsou zde i základní principy vybraných extrakčních a analytických metod použitelných pro izolaci a analýzu složek bezdýmých prachů.

V praktické části práce jsou shrnuty výsledky získané při optimalizaci podmínek metody USE pro izolaci sledovaných sloučenin. Účinnost extrakce byla srovnávána s konvenční metodou založenou na využití Soxhletova rychloextraktoru. Optimalizované podmínky pak byly aplikovány na 3 reálné vzorky bezdýmých prachů, ve kterých byla sledována přítomnost osmi složek, a dosažené výsledky byly opět srovnány s konvenční metodou.

Práce má obvyklé členění a svým uspořádáním působí vcelku přehledným a uceleným dojmem. Větší pozornost však mohla být věnována jazykovému zpracování práce. V některých případech jsou vyjádření hůře srozumitelná vzhledem k chybné konstrukci vět (často neúplné věty) či nevhodnému, místy zcela náhodnému, používání čárek. Rovněž názvy kapitol tvořené pouze zkratkami nejsou vhodné. V neposlední řadě se zde vyskytují i slangové výrazy (např. vialka). Některé kapitoly, a to především stěžejní kapitola Výsledky a diskuse, jsou pak až zbytečně stručné.

K práci mám následující dotazy, připomínky a náměty pro diskuzi:

- Zkratky – Kombinované analytické metody jsou obvykle označovány jako „hyphenated methods“, čili metody „pomlčkové“. Z tohoto hlediska je vhodnější používat výraz GC-MS, tak jak je v práci používáno např. pro metodu HPLC-UV. V práci je opakovaně chybně užívána zkratka MECK pro micelární elektrokinetickou chromatografii (tj. MEKC).
- V práci by mělo být ujednoceno i používání termínů tuhý × pevný, což nejsou úplně synonyma.
- Str. 20 – Informace o produkci bezdýmých prachů v USA je sice zajímavá, ale ještě zajímavější by byla stejná informace o produkci v ČR.
- Str. 24 – Extrakce není metoda použitelná pouze pro 2 nemísitelné kapalné fáze či tuhou a kapalnou fázi.
- Kap. 3.1 – Zde chybí zmínka o vsádkovém uspořádání extrakce, popř. o možnosti varu pod zpětným chladičem. Jsou tyto metody použitelné i pro aplikaci na vzorky výbušin?
- Str. 25 – Jaké jsou další nevýhody extrakce v Soxhl. extraktoru kromě dlouhé doby extrakce?
- Kapitola 3.1.3 – Postrádám zmínku o nevýhodách SFE. Může diplomant nějaké nastínit?
- Kap. 3.1.4 – ASE je registrovaný název pro extraktory Dionex. Jaké jiné označení může mít tato metodika? Opravdu lze pro extrakci použít libovolnou směs rozpouštědel?
- Str. 32 – Co má diplomant na mysli termínem „on-line spojen s analytickým postupem“?
- Kapitola 3.1 – U jednotlivých metod jsou nastíněny jejich aplikace, avšak často se jedná spíše o izolaci látek ze vzorků životního prostředí na úkor izolace složek přímo z výbušin.

- Str. 39 – Jsou i nějaké nevýhody spojení HPLC-MS vůči GC-MS oproti zde prezentovaným pouze výhodám?
- Str. 47 – V jakém rozpouštědle byl připraven zásobní roztok DPU (vnitřní standard)?
- Kap. 5.2.4 – Jak přišel diplomant na hodnotu minimální nosnosti 10 mg u analytických vah vážících s přesností na 0,1 mg?
- Kap. 5.3 – S jakou přesností byl navažován vzorek pro obě extrakční metody?
- Str. 55 – Počet desetinných míst v tabulce 5 mohl být volen uvážlivěji. Jak si lze vysvětlit nulovou chybu u některých hodnot v tabulce?
- Str. 56 – Pro správný provoz sondy není rozhodující vzdálenost ode dna nádoby, ale potopení sondy. Hlavní efekt je tedy způsoben kapalinou, která sondu v dostatečném množství obklopuje.
- Str. 58 – Chybí zde odůvodnění, proč stačí 50 min extrakce, přestože u delších časů ještě dochází ke zvyšování účinnosti extrakce, byť pouze nepatrné.
- Na základě čeho byl volen poměr množství vzorku a extrakčního rozpouštědla pro USE?
- Výsledky – Proč nejsou v práci prezentované obsahy sledovaných složek v reálných vzorcích, ale pouze poměry ploch vůči vnitřnímu standardu, což je v podstatě nicneříkající údaj?
- Jak si diplomant vysvětluje někdy až téměř dvojnásobný obsah složky (cca 200 %) vůči metodě v Soxhletově extraktoru? Které z uvedených výsledků lze považovat za správné, tj. lépe odpovídající skutečnosti?
- Literatura – Citace [5] a [54] jsou duplicitní a u [30] je chybné jméno 1. autorky.
- Závěr – Zde nebo v předešlé kapitole postrádám diskusi věnovanou vhodnosti či nevhodnosti obou metod porovnaných z různých hledisek (např. výtěžnost, časová a energetická náročnost...). Mohl by toto diplomant alespoň stručně nastínit?

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší užitečné poznatky z oblasti izolace a analýzy složek výbušnin. Její stavba je logická s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků a uvedené připomínky neznehodnocují odbornou úroveň celé diplomové práce.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Bc. Tomáše Klementa** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a navrhuji hodnocení:

– velmi dobře –



doc. Ing. Martin ADAM, Ph.D.

Oponent diplomové práce

V Pardubicích dne 30. května 2012