

## ***Posudek oponenta na magisterskou diplomovou práci***

### **Bc. Magdalena Zvolská: Stanovení fluoru v pevných vzorcích pomocí spektrometrie laserem buzeného mikroplazmatu (LIBS)**

Diplomová práce spočívá v optimalizaci parametrů dvoupulzní techniky LIBS v kolineárním a ortogonálním uspořádání při stanovení fluoru v skloionomerních cementech, organických pigmentech a modelových vzorcích: počet pulzů laseru na jeden analytický bod, počet analytických bodů, energie laserového pulzu, šířka vstupní štěrbinu spektrometru, delay, velikost spotu a průtok helia ablační komorou. Kritérii jsou: poměr signálu k pozadí, citlivost, meze detekce, linearita a rozptyl bodů kalibračních závislostí. Je experimentálně velmi náročná a obsahuje značné množství dat. Autorka se musela vyrovnat s mechanickými problémy při experimentech, a též nastudovat rozsáhlou literaturu, která se odráží v teoretické a experimentální části práce.

Z výsledků práce plyne, že vhodnější je použití kolineární DP-LIBS pro analýzu práškových vzorků na pásce, zatímco pro lisované tablety je to ortogonální uspořádání, a to za optimálních podmínek a použití helia v ablační komoře. Výsledky stanovení fluoru ve vzorcích metodou LIBS jsou srovnány s metodami PIGE a ITP. Je zřejmé, že stanovení fluoru metodou LIBS poskytuje v rozsahu 1 -15 % hmot. správné i relativně přesné výsledky, a je tudíž úspěšné.

Grafická, slohová i pravopisná úroveň práce je vysoká (jen psaní čárek před „a“ ve významu jiném než prostém slučovacím), překlepy téměř žádné.

Práce beze zbytku naplnila Zadání diplomové práce a splňuje formálně i dosaženými výsledky všechny požadavky kladené na tento typ závěrečných prací. Přes všechny výše uvedené klady mám k práci následující připomínky a dotazy:

- 1) Str. 21: Opakovací frekvence v režimu Q-spínání bývá běžně i více než 10 Hz.
- 2) Str. 22: Ng:YAG laser – má být Nd: YAG.
- 3) Str. 23: ...záření prochází vstupní štěrbinou (1  $\mu\text{m}$ )? Zřejmě má být 10 a více  $\mu\text{m}$ .
- 4) Str. 27: Porovnejte výhody a nevýhody ablace gaussovským a plochým čelním profilem paprsku.
- 5) Citace 31 a 49 jsou totožné. Co má být položka 49?
- 6) Str. 30: V praxi nemusí být vůbec dosaženo lepší stability signálu v režimu DP oproti SP. Bylo by vhodné pojednat zde o kolineárním (str. 30) a ortogonálním uspořádání.
- 7) Str. 31: K samoabsorpci může dojít i při menší energii pulzu laseru, než je 150 mJ.
- 8) Str. 46-47: Neuvádí se zde „interpulse delay“, tj. prodleva mezi primárním a sekundárním pulzem. Jaká byla jeho velikost pro kompaktní LIBS 1 a modulární LIBS 2? Byl pro všechny experimenty konstantní?

9) Str. 47: Velikost kráteru u systému LIBS 2 není 780  $\mu\text{m}$ . Na vzorku je to ve skutečnosti 100-120  $\mu\text{m}$ . Neuvádíte zde ani energii prvního pulzu. Energie primárního pulzu u kolineárního systému (str. 46) byla rovna energii sekundárního pulzu?

10) Str. 48: RBS Má být zřejmě Rutherfordův zpětný rozptyl.

11) Str. 46, 51-53: Popis v textu je dosti únavný, bylo by vhodnější uvést rozsahy optimalizovaných parametrů v tabulkách.

12) U všech grafů 1-11, 14-31 by měly být zobrazeny chybové úsečky ve formě např. interkvartilového rozpětí, případně pro malé počty (jednotky bodů) zobrazeny všechny tyto body v grafu. Tak lze lépe rozpoznat, zda jsou lokální extrémy naměřených závislostí spíše důsledkem fluktuací nebo jde o netriviální záležitost. Byl v grafech zobrazen medián nebo průměr?

13) Str. 63 a grafy 12, 13: Záporný úsek kalibračních závislostí nemusí být způsoben nesprávnou korekcí pozadí. Je to dáno obecně větším rozptylem bodů u metody LIBS a nelinearitou v blízkosti nuly. Vzorek s nulovým obsahem F zde není. Byly záporné úseky statisticky otestovány, zda jsou významné?

14) Str. 65: Jak mohl být do hlavice hydraulického lisu vnášen vždy stejný objem vzorku?

15) Str. 72 a graf 32: Co znamená „integrace plochy i výšky píku“? Jak se integruje výška píku?

16) Str. 72: 3.2.6 Kalibrace LIBS spektrometru se týká spektrometru LIBS 1?

17) Str. 75: Nemá být energie pulzů laseru v mJ?

Práci doporučuji k obhajobě a bude-li náležitě obhájena, navrhuji hodnocení **v ý b o r n ě - m í n u s**.

V Brně dne 21. května 2013



Mgr. Aleš Hrdlička, Ph.D, oponent

CEITEC MU, Kamenice 753/5

625 00 Brno