

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Renáty KUČEROVÉ „Stanovení nitrosloučenin“

Úkolem diplomantky bylo zpracovat literární rešerši týkající se stanovení nitrosloučenin s důrazem na metody přípravy vzorku k analýze v kombinaci s plynovou chromatografií. Cílem experimentální části práce bylo nalézt vhodné podmínky pro stanovení vybraných nitrosloučenin metodou GC-MS a tyto ověřit na reálných vzorcích.

V teoretické části jsou popsány různé metody pro izolaci a zakoncentrování nitrosloučenin z reálných vzorků různých typů. Prezentovány jsou jak metody klasické, tak i ty moderní včetně metod mikroextrakčních. Dílčí podkapitoly jsou věnovány jak nitrosloučeninám, tak i metodám pro stanovení těkavých organických látek, kde je důraz kladen především na spojení GC-MS.

V praktické části diplomantka provedla optimalizaci podmínek metody HS-SPME pro analýzu těkavých nitrosloučenin, kdy jako vhodné zvolila vlákno 65 μm PDMS/DVB. Jednotlivé podmínky byly vyhodnoceny dle principů centrálně kompozitního plánování experimentu, a to pro pět vybraných nitrosloučenin (nitrobenzen, 2,4-dinitrotoluen, p-nitrofenol, p-nitroanilin a 1-nitroso-2-naftol). Navržená metodika byla nakonec otestována na reálných vzorcích připravených smícháním sledované nitrosloučeniny s kyselinou dusičnou, přičemž dané nitrosloučeniny byly po odpálení odebírány z nerezových plechů pomocí skleněných nebo PP terčků. Z doložených výsledků je patrné, že předkládaná metoda je pro daný účel plně použitelná.

Práce má obvyklé členění a svým uspořádáním působí vcelku přehledným a uceleným dojmem. Je z ní však patrná značná nezkušenost autorky se psaním odborného textu takového rozsahu. Mezi nejčastější chyby patří chybějící nebo nevhodně umístěné čárky ve větách, chybné slovesné tvary (např. různých ionizační techniky - str. 19, čtyř-elektronové nitroskupin, uhlíkových elektrody - oboje str. 26, iontových sloučeniny - str. 32, atd.), používání slangových výrazů (např. injector) nebo nejednotné psaní zkratek (např. GC-MS nebo GC/MS - oboje na str. 47). V této souvislosti lze prohlásit, že výsledková úroveň práce jednoznačně převyšuje úroveň jazykovou.

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

- Seznam zkratek - při takovémto počtu zkratek je třeba, aby tento seznam byl řazen abecedně. Zkratka PA je zde použita 2x, a to vždy s jiným významem. Seznam zkratek je navíc neúplný, chybí např. zkratky LC-MS, EGDN, NCI, NADPH a další.
- Str. 18 - Nesouhlasím s tvrzením, že „SDME vyžaduje komplikované manuální operace“. Jde o rutinní práci s mikrostříkačkou.
- Str. 21 - U obr. 6 je chybně legenda. Extrakce acetonem jsou dokumentována v částech (b) a (d).
- Str. 28 - V posledním odstavci jsou chybné odkazy na obrázky. V textu jsou citovány obrázky 12 a 13, avšak jde o obrázky 16 a 17. Nutno podotknout, že tyto chyby se v práci vyskytují velmi často, a to jak v případě obrázků (např. obr. 18, 32, 33, 34, 35) ale i o přílohy (např. na str. 55 je uvedena příloha 13, ale jde o přílohu 12).
- Str. 36 - Výraz „stanovení komplexních matic“ je chybný. Lze pouze stanovit něco v komplexních maticích.


- Str. 39 - SFE se jistě nepoužívá pro extrakci nadkritické tekutiny, jak uvádí autorka. Tyto tekutiny se zde využívají jako extrakční medium.
- Str. 50 - Měl by být používán jednotný tvar názvů sloučenin pro 4-nitrofenol a meta-nitrofenol (3-nitrofenol).
- Str. 54 - Před obr. 32 je uvedeno, že jde o průměry ze tří hodnot. Proč tedy nejsou uvedeny chybové úsečky? To stejné platí o všech sloupcových grafech v celé práci.
- Str. 54 - Pro CCD je třeba 5 úrovní každého faktoru. V případě množství NaCl tedy jedna hodnota chybí. Která?
- Str. 57 - V tabulce je chybně použit výraz „odchylka R^2 “. Mohla by diplomantka vysvětlit termín R^2 ?
- Str. 60 - Nebylo by lepší pro extrakci použít postup bez přídavku NaCl, což v případě plochy píku poskytuje větší odezvu než hodnota 0,0595 g vyhodnocená jako optimální?
- Obr. 35 a přílohy 17-20 - U těchto obrázků jsou nečitelné popisy os.
- Str. 62 - Bylo by možné nějak vysvětlit rozdílné závislosti pro extrakční teploty 30 a 60 °C mezi obrázky 34 a 36 týkající se v obou případech nitrobenzenu?
- Str. 62 - Proč byly kalibrace měřeny pouze pro 3 látky, zatímco optimalizace pro 5?
- Str. 65 - Výrazy pro výpočty hodnot LOD a LOQ jsou uvedeny obráceně. Navíc tyto hodnoty obvykle popisují hodnoty koncentrací, avšak nikoli odezvy detektoru (tedy plochy, jak je použito v Obr. 8 a 9).
- Jsou-li v práci prezentovány výsledky v podobě $<LOQ$ a $<LOD$, nabízí se otázka, jaké jsou tedy hodnoty LOD a LOQ? V práci toto uvedeno není.
- Str. 68 - Tab. 10 je duplicitou tab. 6.
- Použitá literatura - Tato část je psaná nejednotným formátem. Někdy jsou použity plné názvy časopisů, jindy pak jejich zkratky, které však nejsou v souladu s oficiálními zkratkami názvů těchto časopisů.

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší velmi užitečné poznatky z oblasti izolace a detekce nitrosloučenin. Její stavba je logická s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků a uvedené připomínky zásadním způsobem nesnižují odbornou úroveň celé diplomové práce.

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

- velmi dobře -

V Pardubicích dne 2. června 2016


doc. Ing. Martin ADAM, Ph.D.
Oponent diplomové práce