

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Jakuba ŠULCE

„Termodesorpce”

Úkolem diplomanta bylo zpracovat literární rešerši zaměřenou na využití programově řízeného nástřiku a jeho využití pro dávkování velkých objemů vzorků a termodesorpci. Cílem experimentální části práce bylo otestovat možnosti využití nástřiku s programově řízenou teplotou pro analýzu aromatických nitrosloúčenin a připravit metodu pro jejich stanovení pomocí plynové chromatografie s hmotnostní detekcí (GC-MS).

V teoretické části je důraz kladen na techniky dávkování vzorku pro plynovou chromatografii, a to především s ohledem na možnosti využití nástřiku s programově řízenou teplotou (PTV). Popsány jsou dále možnosti extrakčních a analytických metod vhodných pro stanovení studovaných aromatických nitrosloúčenin a prezentovány jsou i základní charakteristiky nitrosloúčenin zkoumaných v rámci dané diplomové práce.

V praktické části diplomant prozkoumal možnosti PTV nástřiku vzorku, kdy bylo třeba optimalizovat nástřikový mód a teplotní programy jak programově řízeného nástřiku, tak i samotné GC separace sedmi studovaných nitrosloúčenin. Mezi tyto sloúčeniny patřily nitrobenzen (NB), 1,3-dinitrobenzen (1,3-DNB), 2-nitrotoluen (2-NT), 3-nitrotoluen (3-NT), 4-nitrotoluen (4-NT), 2,4-dinitrotoluen (2,4-DNT) a 2,6-dinitrotoluen (2,6-DNT). V rámci práce byl rovněž odzkoušen modul umožňující dávkování vzorku pomocí měniče linerů (LINEX) a následnou tepelnou desorpci látek z vhodně zvolené náplně lineru (křemenná vata, popř. sorbenty Carbotrap a Carbosieve). Jako velmi vhodná se pro tento účel ukázala být křemenná vata. Při testování možností dávkování velkých objemů se pak jako limitní ukázal být objem 10 µl.

Práce má obvyklé členění a svým uspořádáním působí vcelku přehledným a uceleným dojmem. Je z ní však patrná značná nezkušenost autora se psaním odborného textu takového rozsahu. Mezi nejčastější chyby patří chybějící nebo nevhodně umístěné čárky ve větách, chybné slovesné tvary a nejednotnost v terminologii (např. GC/MS – str. 27 a GC-MS - str. 26). Navíc se domnívám, že v česky psané závěrečné práci by měly být tabulky a obrázky transformovány do ČJ. V současné podobě jsou tab. 2-8 v teoretické části velmi špatně čitelné. Citace v seznamu literatury nejsou úplně jednotné a některé z nich (např. cit. 4.) jsou neúplné. V této souvislosti lze prohlásit, že výsledková úroveň práce jednoznačně převyšuje úroveň jazykovou.

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

- Seznam zkratk by měl kvůli lepší orientaci řazen abecedně. Některé termíny, jako např. mikroextrakce pevnou fází, se neshodují s textovou částí, kde je používána terminologie jiná (mikroextrakce tuhou fází – str. 20).
- Str. 18 – Správný název dané techniky je Extrakce tuhou fází, nikoli látkou (kap. 2.1.1).
- Str. 30 – Zde je uvedeno, že NB způsobí akutní otravu bez dalších upřesnění. Obdobně to tak je i u ostatních nitrolátek zde prezentovaných. Bylo by možné blíže specifikovat tuto akutní otravu a uvést příslušnou hodnotu LD₅₀ alespoň pro nitrobenzen?


- Str. 31 – V posledním odstavci by měl být odkaz na obr. 7A a 7B, nikoli na obr. 4A a 4B.
- Str. 36 – V posledním odstavci i v seznamu zkratk je chybně uvedena zkratka OSD namísto ODS pro oktadecylsilikagel.
- Str. 38 – Mohl by diplomant upřesnit, o jaké látky se v případě tabulky 7 jedná?
- Str. 41 – Byly kalibrační roztoky rovněž ředěny methanolem?
- Str. 43 – U obr. 16, stejně tak jako u všech ostatních chromatogramů a také u kalibračních grafů chybí popisky os.
- Str. 45 – Na základě čeho by bylo možné identifikovat 2-NT, 3-NT a 4-NT, pokud by tyto byly analyzovány ve směsi?
- Str. 47 – Domnívám se, že ve sloupci „Koncentrace skutečná“ v tab. 15 by měly být hodnoty z tabulky 14 a tyto následně použity pro výpočet odchylky měření. Mohlo by se stát, že by pro některý ze standardů byly pro kalibraci použitelné i roztoky o koncentraci 0,01 µg/ml?
- Str. 47 – Jakým způsobem byly vyhodnocovány hodnoty LOD a LOQ uvedené v tab. 16?
- Str. 50 dole – Mohl by diplomant vysvětlit, co znamená relativně rozumné výsledky?
- Str. 51 – Bylo by možné alespoň na obr. 23 identifikovat píky sledovaných nitrosloučenin?
- Str. 52 – Dalo by se uvést, pro jaké vzorky by metoda připravená v této diplomové práci byla použitelná?
- Str. 58 – Má smysl prezentovat MS spektra v rozsahu m/z do 500, když všechny testované nitrosloučeniny mají molekulovou hmotnost do 200 g/mol?

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší velmi užitečné poznatky z oblasti analýzy nitrosloučenin za pomoci termodesorpce realizované prostřednictvím PTV nástřiku. Její stavba je logická s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků.

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

– velmi dobře –

V Pardubicích dne 1. června 2017


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