

Posudek oponenta disertační práce

Název disertační práce: Testování nového zařízení na principu iontové mobility
Autor disertační práce: Ing. Martin Pavlačka
Školitel: doc. Ing. Petra Bajerová, Ph.D.
Oponent: doc. RNDr. Jan Kříž, Ph.D.

Stručná charakteristika

Ing. Martin Pavlačka se ve své disertační práci zaměřil na použití nových analytických metod založených na principu iontové mobilní spektrometrie k detekci exploziv a narkotik. Jedná se jistě o v dnešní době velmi potřebné téma. Předložená práce je psaná v českém jazyce, má 88 stran včetně příloh a je členěná do tří logických částí – teoretické části, experimentální části a do nejdůležitější části obsahující výsledky a diskusi.

Hodnocení

Disertační práce Ing. Pavlačky je založena na výsledcích publikovaných ve dvou odborných časopisech evidovaných v databázi Web of Science (druhý v době odevzdání práce ještě nevyšel, ale byl přijat k publikaci). Ing. Pavlačka je prvním autorem obou těchto prací. V práci se vyskytují překlepy a drobné gramatické nedostatky, ovšem v nevelké míře.

Nejrozsáhlejší částí práce je její teoretická část, která je v podstatě rešeršní. Autor se dobře zorientoval ve zdrojích z posledního období, seznam literatury čítá 222 citací převážně odborných článků z posledních 10 či 15 let. Výsledkem je povětšinou dobře srozumitelný kompilační text. Drobné výhrady k této části, jakožto i k částem dalším, uvádím níže.

Následuje experimentální část, která velice stručně představuje použité chemikálie, přístroje pro měření a software na zpracování dat. Autor v této části konstatuje, že exploziva byla měřena na prototypu přístroje s DMS technologií, který ale není podrobněji specifikován, zatímco narkotika na přístroji RS Dynamics-Dragon. Až v další části se ale píše, že až po selhání původního plánu použít pro měření narkotik stejný prototyp jako pro exploziva byl vyvinut zcela nový DMS přístroj. Je škoda, že Ing. Pavlačka neuvádí svůj podíl na vývoji a konstrukci nového přístroje.

Těžiště celé práce tkví v části „Výsledky a diskuse“. Ing. Martin Pavlačka zde beze sporu prokázal schopnost samostatné výzkumné práce. Výsledky potvrzují možnost použití iontové mobilní spektrometrie k detekci exploziv a narkotik.

Konkrétní připomínky a dotazy k obhajobě

1. K práci mám několik formálních připomínek:
 - Proč je název kapitoly „Teoretická část“ uveden na samostatné straně, zatímco názvy dalších kapitol už ne?
 - Označení fyzikálních veličin se obvykle píše kurzívou, toto ale zejména na stranách, 14, 16 a 17 není dodrženo. V některých případech je kurzíva použita, v jiných ne. Dokonce i stejné veličiny jsou někdy označeny kurzívou, jindy standardním řezem písma.
 - U některých veličin je uvedena v hranaté závorce jednotka, u jiných ne (např. na str. 14).

- V rovnici (2) je označen driftový čas jinak, než v celém dalším textu (nejblíže v rovnici (4)).
 - Rovnice (3) je formálně špatně rozměrově, redukovaná iontová mobilita by měla jiný rozměr než iontová mobilita.
 - V několika grafech (na obr. 21, v přílohách) jsou osy popsány symboly x a y a až v popisku obrázku je napsáno jaká veličina a v jakých jednotkách je na osách vynesena. Proč není označení veličin a jednotek přímo v grafu (jako např. na obr. 22)?
2. Co máte na mysli silou elektrického pole v prvním odstavci na straně 15? Na obr. 1 nikde sílu nevidím.
 3. Klíčová α – funkce je definována až na straně 16 dole (rovnice (5) a (6)), ale tři základní typy jejího průběhu jsou diskutovány již na straně 14. Toto je pro neznalého čtenáře těžko srozumitelné.
 4. Jaký význam má symbol „...“ v rovnicích (5) a (6)? Znamená to další členy v rozvoji α – funkce? Dále je ale počítáno jen s koeficienty α_2 a α_4 , tedy další členy rozvoje se neuvažují. Proč?
 5. Na posledním řádku str. 24 a v popisu obrázku 9 se píše o α – funkci pro sedm různých látek. Kterých?
 6. Rovnice (14) přímo plyne z rovnice (5), je zbytečné opakovat totéž.
 7. Těsně pod rovnicí (14) se uvádí, že E je elektrické pole. Takovou veličinu neznám. Co je tedy označeno symbolem E ?
 8. Nerozumím popisu metody průměrování na str. 46. Píše se zde: „Metoda průměrování pracuje s naměřenými hodnotami kompenzačního napětí při určitém RF a počítá alfa koeficienty odpovídajících dvojic CV a RF, ze kterých se získá výsledná hodnota na základě průměru jednotlivých mezivýsledků.“ Dle níže uvedených tabulek odpovídá určitému (tj. dané hodnotě) RF právě jedna hodnota CV. Dosadím-li RF a CV do rovnice (7) dostanu jednu rovnici pro dvě neznámé. Tato rovnice pochopitelně nemá jednoznačné řešení. Můžete vysvětlit, jak jste „jednotlivé mezivýsledky“ získal a co jste tedy průměroval? U metody nejmenších čtverců uvádíte, že se jedná o známou metodu používanou k odhadu řešení takové soustavy rovnic, která má příliš mnoho rovnic pro příliš málo neznámých (přeurčená nikoliv „předurčená“ soustava). S tím naprosto souhlasím. Je i metoda průměrování běžně používaná?
 9. Formulaci „každá dvojice“ RF a CV je znázorněna pomocí přímky“ v posledním odstavci na straně 46 považuji za nešťastnou. Jak se znázorňuje dvojice čísel pomocí přímky? Jde zřejmě o závislost α_4 na α_2 pro dané hodnoty RF CV.
 10. Rovněž termín „průsečík přímek“ používaný od str. 46 dále je nešťastný. Přímky na obr. 21 evidentně žádný společný průsečík nemají.

Závěr hodnocení

Je možné konstatovat, že předložená práce splňuje požadavky kladené na práce disertační. Výše uvedené připomínky nejsou váženějšího charakteru a nesnižují celkový dobrý dojem. *Doporučuji proto disertační práci Ing. Martina Pavlačky k obhajobě.*

V Hradci Králové, 4. září 2017


doc. RNDr. Jan Kříž, Ph.D.

Katedra fyziky PřF UHK

Posudek disertační práce nazvané:

„Testování nového zařízení na principu iontové mobility“

Ing. Martin Pavlačka

Aktuálnost řešeného tématu

Tématem práce je experimentální studium iontové mobility motivované analytickým použitím přístrojů pracujících na tomto principu pro stanovení přítomnosti těžkých složek exploziv a narkotik. Toto téma je v současnosti velice důležité z hlediska významu pro oblast bezpečnosti letecké dopravy, boje proti terorismu a nelegální distribuci narkotik. V úvodu jsou představeny základy iontové mobilní spektrometrie a popsána problematika její nízkonapěťové a vysokonapěťové varianty. Dále je shrnut současný stav oboru detekce exploziv a narkotik na principu iontové mobility, vlastní experimenty jsou pak navrženy tak aby přinesly nová data a k tomuto oboru tak přispěly.

Použité metody a postupy

Praktická měření byla provedena na vysokonapěťových přístrojích, metody DMS a FAIMS jsou pro danou aplikaci vhodné pro svou citlivost, selektivitu a rychlost analýzy. Nevýhodou těchto technik je skutečnost, že pracují při vysoké intenzitě elektrického pole v nelineární oblasti závislosti iontové mobility na redukované intenzitě elektrického pole. Tato nelinearita byla experimentálně charakterizována formou koeficientů polynomiálního rozvoje naměřených závislostí.

Výsledky

Experimentální část spolu s výsledky a diskuzí vychází ze dvou článků publikovaných v mezinárodních časopisech (M. Pavlačka je první autor) a z příspěvků prezentovaných na mezinárodních konferencích.

V souvislosti s interpretací výsledků se nabízejí tyto otázky:

- 1) Jakých 7 látek je uvedeno na obr. 9 na str. 25?
- 2) Jaký typ detektoru pro měření proudu iontů byl použit v přístrojích pro DMS a FAIMS? Jaká je typická hodnota iontového proudu v pA?
- 3) Co přesně znamená věta na straně 54: “Závislost iontové mobility na redukované intenzitě elektrického pole (E/N) do 110 Td bylo použito ke grafickému rozlišení jednotlivých exploziv (Obrázek 28)“? Nejedná se jen o drobnou gramatickou chybu ale hlavně o diskusi překryvů např. mezi PETN a RDX. Stačí rozdíl ve tvaru křivky k určení látky?
- 4) Do jaké míry je možné detekovat směs více látek? Například průmyslové směsi jako Semtexy nebo Permonexy vyráběné v Explosii?
- 5) Jaká byla koncentrace JWH250 při optimalizaci průtoku (obr. 32)? S tím souvisí obecnější otázka možnosti kalibrace: jak závisí iontový proud na množství analytu? Jaká je opakovatelnost (přesnost) a dlouhodobá stabilita (správnost) případné kvantifikace:

Formální zpracování disertace

Disertace je psaná formou přehledného referátu odkazujícího se na jednotlivé publikace. Celý text je psán česky, srozumitelně a bez vážnějších chyb. Text i ilustrace jsou informativní a kvalitní. Za přednost považuji uvedení názvů článků u odkazů.

Vzhledem k počtu spoluautorů publikací v časopisech by bylo vhodné, aby autor výslovně popsal jeho konkrétní příspěvek. Z textu práce vyplývá, že autor provedl experimenty a vyhodnocení dat popsané v kapitolách 3 a 4 na již existujících přístrojích. Při obhajobě by autor měl jednoznačně objasnit, co přesně byla jeho práce a co byla práce kolegů.

Význam práce pro další rozvoj vědního oboru a v praxi

Práce je rozhodně významným příspěvkem k rozvoji vysoce citlivých technik analýzy těžkých látek. Získaná data jsou důležitá pro detekci exploziv a narkotik. Obě publikované práce M. Pavlačky jsou uvedeny v databázi Scopus ale zatím nebyly citovány, což je zřejmě způsobeno krátkou dobou od publikace (článek v Monatshefte für Chemie je přijat k tisku od ledna 2017, v době této oponentury ještě nevyšel tiskem, ale je zveřejněn on-line). Práce je celkově tedy významnější pro praxi a aplikovaný výzkum a experimentální vývoj než pro oblast základního výzkumu.

Závěr

Tato disertační práce prokazuje předpoklady autora k samostatné tvořivé práci. Práci jsem prostudoval a **doporučuji ji přijmout k obhajobě.**



prof. RNDr. Patrik Španěl, Dr.Rer.Nat.

V Praze 29.července 2017

Oponentský posudek disertační práce

Ing. Martina Pavlačky

Testování nového zařízení na principu iontové mobility

Disertační práce Ing. Martina Pavlačky je obsahově členěna do tří hlavních částí. Teoretická část podává přehled instrumentálních variant využívajících iontové mobility, a dále přehled iontové chemie a možností analýzy dvou hlavních okruhů látek, na které se autor soustředil, tedy exploziv a narkotik. Stručná experimentální část je pak následována popisem výsledků a diskusí.

Disertační práce byla zpracována v rozsahu 88 číslovaných stran, z čehož 6 připadá na přílohy. Úvodní a teoretická část zaujímá poměrně významnou část textu práce.

V rámci experimentální části práce bylo studováno osm vysokoenergetických exploziv a dvanáct narkotik, mimo jiné z okruhu amfetaminů a katinonů.

V závěru práce autor shrnul dosažené výsledky a naznačil možnosti využití ručního přenosného přístroje na principu iontové mobility.

Po formální stránce je práce zpracována pečlivě a s minimem překlepů, i když použité formulace nejsou vždy syntakticky správné.

K práci mám následující připomínky a dotazy do diskuse:

V úvodu sekce 3.2 (str. 42) je uvedeno, že „exploziva byla měřena na prototypu přístroje s DMS technologií ...“. Zde bych uvítal bližší informaci, o jaký prototyp šlo? Jednalo se o výrobek dále zmíněné společnosti RS Dynamics? Šlo o stejný přístroj, který byl použit k analýze narkotik?

Software pro porovnání a vizualizaci experimentálních dat, zmíněný na str. 43 (obr. 17), byl vyvinut autorem práce?

Na 9. řádku textu v sekci 4.1 (str. 46), má zřejmě místo „předurčené“ být „přeurčené“ (jde o soustavu rovnic v metodě nejmenších čtverců). V této sekci je dále zmíněno, že každá dvojice RF a CV je znázorněna přímkou a průsečíky přímek pro obě použité metody jsou označeny červenou hvězdičkou a zeleným křížkem. Na řadě grafů (např. pro efedrin v obr. 21 nebo pro metamfetamin a heroin v Přílohách P1 a P2) však tyto barevné symboly leží zjevně mimo průsečíky přímek; jaké je vysvětlení?

Závěrem konstatuji, že předložená disertace podle mého názoru prokazuje autorovu způsobilost k samostatné tvůrčí činnosti a přinesla řadu údajů, které by mohly být užitečné v analýze exploziv a narkotik pomocí iontové mobilní spektrometrie. Z hlediska současných společenských potřeb není pochyb o tom, že výběr těchto dvou okruhů látek je vysoce aktuální. Výsledky shrnuté v disertační práci byly dosud předmětem dvou publikací v mezinárodních časopisech a řady příspěvků prezentovaných na zahraničních i tuzemských konferencích, přičemž Ing. Pavlačka je na všech těchto výstupech uveden jako první autor. Doporučuji proto, aby disertační práce Ing. Martina Pavlačky byla přijata k obhajobě.

V Brně dne 2. srpna 2017

M. Roth

doc. RNDr. Michal Roth, CSc.
Ústav analytické chemie AV ČR, v. v. i.
Veveří 97
602 00 Brno