

Recenzní posudek diplomové práce

Diplomant: **Bc. Tomáš FLAMÍK**
Název diplomové práce: **Využití FTIR v analytice maziv**
Oponent: **doc. RNDr. Jaroslava Machalíková, CSc.**
Katedra dopravních prostředků a diagnostiky
Dopravní fakulta Jana Pernera, Univerzita Pardubice

Diplomant se v předložené práci zabývá aktuální problematikou kombinace moderních přístrojových technik s chemometrickými a statistickými metodami, která představuje významný pokrok v oblasti tribotechnické diagnostiky. Navrhl model pro stanovení čísla celkové alkality TBN (Total Base Number) v motorových olejích metodou infračervené spektrometrie s Fourierovou transformací.

Rychlé a rutinní stanovení TBN jako vybraného fyzikálně-chemického parametru metodou FTIR spektrometrie s následnou aplikací statistických výpočtů má pro praxi velký význam – ze spektra, změřeného rychle a jednoduše je možno určit TBN, jehož stanovení je časově podstatně náročnější. Podobný postup lze aplikovat i na další parametry (viskozitu, hustotu, bod vzplanutí, TAN aj., u paliv lze tímto postupem stanovit např. oktanové či cetanové číslo) – z jediného spektra lze výpočtem určit řadu důležitých parametrů, přičemž pro každý z nich by běžným analytickým postupem bylo nutno provést samostatné stanovení vyžadující speciální přístrojové vybavení. Možnost stanovit více analytů z jednoho spektra je hlavní výhodou těchto postupů.

V oblasti FTIR spektrometrie jsou tyto metody často využívány – především tehdy, není-li závislost mezi absorbancí či transmitancí a koncentrací měřených analytů není lineární. Při kvantitativní analýze lze využívat maticový počet a statistické zpracování dat (např. metodu PLS použitou v této práci); vyhodnocují se pak celé spektrální oblasti.

Diplomant správně uvádí, že multikomponentní metody je vhodné použít v případě, kdy matrice analyzovaných vzorků není přesně definovaná nebo dochází k překrytí spektrálních pásů, a že jejich nevýhodou je jednak složitý matematický aparát, jednak nezbytnost velkého počtu standardů nutných k vytvoření spolehlivého kalibračního modelu. Rovněž je třeba dbát na to, aby podmínky měření všech spekter i způsoby jejich úprav a zpracování byly zachovány od kalibračních přes validační až po analyzované neznámé vzorky.

Vývoj robustních kalibračních modelů a jejich řádná validace jsou klíčovými a poměrně náročnými kroky kvantitativní analýzy pomocí IČ spektrometrie. Použití validačních měření je nutné pro hodnocení kalibračního modelu. Diplomant k předběžnému ověření kalibračního modelu správně využil křížové validace.

Práce má celkem 54 stran, obsahuje všechny požadované náležitosti (souhrn a seznam klíčových slov v češtině a v angličtině) a seznam použitých zkratk, tabulek a obrázků; odpovídá směrnici UPA č. 13/2007. V souladu se zadáním je logicky členěna do pěti kapitol. Seznam použité literatury (včetně elektronických informačních zdrojů) zahrnuje 17 položek.

Teoretická část práce je věnována přehledu současného stavu poznatků; zabývá se charakterizací metod analýzy motorových olejů, principy infračervené spektrometrie a uvádí přehled statistických metod kvantitativní analýzy se zaměřením zejména na metodu PLS.

Přínosem práce je především její experimentální a navazující výpočtová část. Autor zde provedl řadu laboratorních měření, která byla navíc komplikována nasazením zapůjčeného spektrometru. Sestavil kalibrační model a provedl validaci; vzhledem k tomu že se na DFJP

jedná o první práci na téma multikomponentních analýz v oblasti tribotechniky, ukázaly výsledky práce nové možnosti využití vybavení tribotechnické laboratoře pro výzkum, vývoj, výuku i pro práce pro externí zadavatele.

Z výsledků práce vyplývá, že použité metody jsou vhodné pro aplikaci v praxi. Dosažené výsledky autor správně interpretuje. Grafická část práce (v přílohách) vhodně dokumentuje jak možnosti použitého softwaru, tak dosažené výsledky; je zpracována pečlivě a přehledně.

Při hodnocení celkového přístupu diplomanta k tématu diplomové práce, zvoleného postupu řešení a použitých metod mohu konstatovat, že student vycházel ze systematické analýzy současného stavu poznání v oboru. Teoretické poznatky experimentálně ověřil a vhodně je aplikoval. Dosažené výsledky pokládám za dostatečně zdůvodněné. Jsou vhodnou pomůckou pro odborníky z praxe, kteří se touto problematikou zabývají.

Diplomová práce odpovídá souvisejícím normám, zákonným ustanovením a předpisům.

Formální úroveň diplomové práce má požadovanou úroveň, je srozumitelná a přehledně zpracovaná. Vzhledem k tomu, že má spíše metodický charakter, není vhodná pro autorské osvědčení nebo patent.

K diplomové práci, mám několik připomínek:

- Str. 9, kap. 1.1: nejedná se o „číslo kinematické viskozity“ ale o kinematickou viskozitu (ČSN 65 6216 má název Ropné výrobky. Stanovení kinematické viskozity a výpočet dynamické viskozity.).
- Str. 10: „...metoda titrací podle K. Fischera, coulometrickou titrací, destilací...“ – stylisticky mírně nepřesné (titrace dle K. Fischera mohou být provedeny buď klasickou volumetrickou titrací, nebo titrací s coulometrickým generováním jódu jako titračního činidla).
- Str. 15 uprostřed: rozsah vlnočtů má jednotku μm (nikoli mm)
- Str. 21: ani s komentářem na str. 20 není význam vyznačených oblastí jasný
- Str. 22–23: část o pevných vzorcích je zařazena zbytečně, protože v experimentální části práce byly použity pouze vzorky kapalné
- Citace zdrojů v některých případech neodpovídá požadavkům ČSN ISO 690 (zejména zdroje uvedené pod č. 16 a 17!).

Práce obsahuje některé stylistické nepřesnosti, nevhodné formulace, neopravené překlepy či prohřešky vůči pravidlům počítačové typografie, např.

- str. 9, 11, 12: používání předložky „díky“ tam, kam významově patří např. „v důsledku“ nebo „kvůli“ („zvýšení spotřeby paliva díky tomu, že...“, „Vznikají v samotném oleji díky jeho oxidační degradaci...“ aj.),
- nesprávná interpunkce, zejména chybějící čárky v souvětích,
- str. 10: „stanovení bodu vzplanutí se stanovuje...“,
- není důsledně používán odborný styl (vyžaduje neosobní tvary sloves, nikoli 1. os. plurálu),
- nevhodné formulace typu „Lambert-Beerův zákon říká...“, „měření vzorku v kvetě u určitě tloušťce mající okénka...“, „mezi další výhody...je možnost...“, „45° přímka“ (str. 42),
- str. 12: „po kapkách přidáván“ – jedná se o titraci,
- str. 16: „při průchodu monochromatického světla...“ – lépe „...monochromatického záření“,
- za slovem viz se nepíše tečka,
- jediný možný výraz je „standard“ (ne „standart“, a v této souvislosti také nelze použít „standarda“ – tab. 3 na str. 37),
- v současném systému DSpace není potřebné uvádět údaje pro knihovnickou databázi,

- str. 17, 18, 24 (obr. 2, 3, 5): podtržení červenou vlnovkou je dosti nevzhledné (stačilo vypnout zobrazování netisknutelných znaků a pak teprve kopírovat),
- neopravené překlepy: „...PCR (Principle Komponent Regresion), SMLR (Stepwise multiplenlinear regresion)...“ na str. 24, „s touto redukcí je spokojena i redukce...“ na str. 25, „základním charakteristikou“, „Armáda České“ na str. 25, „nevhodným solným můstkem“ – má být „nevodným“, „předikovaným“ na str. 41 a řada dalších,
- na str. 27 a 28 se opakuje text o ředění standardů,
- na článek autorů Adams, Romeo, Rawson není v textu uveden odkaz na citaci v seznamu zdrojů,
- posunuté číslování odkazů na obr. 7 a 8,
- „Analyst“ je anglicky analytik, nikoli analýza.

Jedná se však o formality, která nesnižují odbornou úroveň předkládané práce.

Prosím, aby diplomant v diskuzi vysvětlil:

- a) pojmy „kalibrace“ a „validace“
- b) proč je pro stanovení TBN nejvhodnější část spektra od $1764\text{--}1520\text{ cm}^{-1}$ (a ne např. $3600\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$),
- c) zda je možné tento model aplikovat i na jiné motorové oleje než URSA Super 15W/40.

Závěr:

Diplomant Tomáš Flamík použil vhodné metody řešení a prokázal jak odpovídající teoretické znalosti, tak schopnost a připravenost k experimentálním pracím. Splnil v celém rozsahu požadavky zadání a dosáhl výsledků, které mohou být aplikovány v praxi. Jeho diplomová práce neobsahuje závažné obsahové ani formální chyby.

Vzhledem k výše uvedeným skutečnostem doporučuji předloženou diplomovou práci **přijmout k obhajobě**. Hodnotím ji známkou

výborně minus.

V České Třebové 5. 6. 2009

doc. RNDr. Jaroslava Machalíková, CSc.