

Bismutové a antimonové porézní filmové elektrody

Diplomová práce Bc. Nikoly Volákové čítá celkem 67 stran a je rozdělena do sedmi částí včetně seznamů literatury a použitých zkratk. Ve své práci se diplomantka zabývá přípravou porézních bismutových a antimonových filmových elektrod. Porézní filmy byly vytvořeny pomocí templátu z koloidních krystalů, konkrétně polystyrénových kuliček, které byly po elektrolytické depozici kovu (Bi nebo Sb) rozpuštěny za vzniku porézní struktury filmu. Připravené porézní filmové elektrody byly následně charakterizovány pomocí elektronového mikroskopu a jejich elektrochemické chování bylo srovnáno s chováním filmových elektrod připravených technikami *in situ* a *ex situ*.

Stručný *Úvod* představuje víceméně rozšířený souhrn s vytyčením cílů práce. *Teoretická část* se věnuje popisu vlastností bismutu a antimonu včetně možnosti jejich využití v elektrochemii jako náhrady za rtuťové elektrody. Dále líčí přípravu porézních vrstev a různé typy tvorby kovových filmů. *Experimentální část* přibližuje použité chemikálie, přístrojové vybavení a elektrody, včetně postupu přípravy porézních filmových elektrod vyloučených na tištěných uhlíkových elektrodách. Dále tato část popisuje podmínky provedených elektrochemických měření. Kapitola *Výsledky a diskuse* pak prezentuje zejména SEM snímky jednotlivých pokusů o vytvoření porézních bismutových a antimonových filmových elektrod, a to za různých podmínek, různé koncentrace polystyrénových kuliček ve výchozí suspenzi a dále různých časů depozice. Pro každý kov byla vybrána elektroda s nejlépe vytvořeným porézním filmem, která pak byla použita pro elektrochemické stanovení olova a kadmia v modelových vzorcích. Dosažené výsledky byly porovnány s výsledky poskytnutými filmovými elektrodami vytvořenými technikami *in situ* či *ex situ*. Stěžejní výstupy jsou pak shrnuty v *Závěru*.

Diplomová práce je sepsána celkem přehledně, ale bohužel se v ní často objevují formální nedostatky a neobratné formulace. Práce obsahuje velké množství snímků ze SEM, které asi nejlépe charakterizují úspěch či neúspěch při tvorbě porézních vrstev. V části popisující elektrochemické chování jednotlivých elektrod mě překvapila velikost grafů, které jsou velmi malé a tím pádem se v nich těžko orientuje. Místo píků jsou patrné pouze vlnky, u nichž nelze porovnávat velikost (viz. graf 1). Kromě naměřených kalibračních závislostí, reprodukovatelnosti a opakovatelnosti postrádám ještě limit detekce, který je standardním parametrem uváděným u testování a porovnávání elektrod pro elektrochemické stripping stanovení kovů. Též mě zaráží, že porézní antimonová filmová elektroda a *ex situ* vytvořená antimonová filmová elektroda nedávaly žádné signály navzdory již publikovaným výsledkům na těchto elektrodách.

K předložené diplomové práci mám několik dalších připomínek a dotazů:

- v celé práci se objevují překlepy, neosazené odstavce, citace nejdou vždy zcela za sebou nebo neodpovídají (rozdíl o jedno číslo – patrně vložená nová citace později,

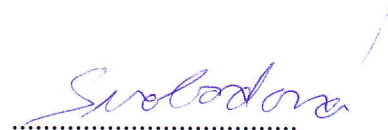
např. viz str. 14 tabulka 1 je použita z citace [7]), či neodpovídající číslování obrázků s textem (viz obr. 6 str. 20), chybí čárky a mnohdy i celá slova.

- v některých pasážích je patrné, že autorka čerpala z anglicky psaných textů, věty jsou psané v anglickém stylu pořádku slov.
- chybí číslování rovnic, včetně znaku pro násobení.
- seznam zkratk není úplný (chybí HCP, PDMS, OMC, CA) a obsahuje některé chyby: ITO není skleněná elektroda potažená indium-titan oxidem, nýbrž oxidem indio-cíníčitým a MFE je zkratka pro rtuťovou filmovou elektrodu, ostatně i autorka to tak v textu používá.
- v textu občas chybí u popisu elektrod slovo filmová, což může být zavádějící, protože chování bismutových elektrod a bismutových filmových elektrod, popřípadě antimonových a antimonových filmových elektrod může být rozdílné .
- pojmenování některých podkapitol též není šťastné, např. str. 20 kapitola 2.4.3.3 *Filtrace* by se měla spíše jmenovat *Depozice pomocí filtrace*. Navíc tato kapitola je velmi krátká (pouze tři věty) a dostatečně nevysvětluje podstatu depozice touto metodou, podobně jako předchozí kapitola o sol-gel depozici.
- kapitola 2.5 popisující využití porézních struktur čerpá ze dvou článků, ze kterých je čerpáno až příliš informací (celá jedna stránka textu ke každé citaci) včetně výsledků a jejich popisu, což je myslím zbytečné.
- termín „kalibrace porézních elektrod“ (str. 23 i dále v textu) nevystihuje to, co autorka měla jistě na mysli, tedy kalibrační závislost rostoucí koncentrace kovů na porézních filmových elektrodách.
- termín „on-site technika tvorby filmů“ je mně neznámým pojmem, čerpala autorka z nějakého článku?
- roztok HCl o pH 2 není 0,1 M HCl jak uvádí autorka.
- proč byly pro depozici kovů při tvorbě porézních filmů použity zvláštní časy jako 27, 38, 56 či 112 s?
- všechny grafy ve výsledkové části mají popis nahoře, ale jsou to v podstatě obrázky, tudíž popis patří pod graf. Možná právě díky tomu jsou poslední grafy popisovány v textu špatně (obr. 10, 11 a 12).
- opakovatelnost je podle mého názoru odchylka několika po sobě jdoucích měření (většinou 10) na jedné elektrodě, ne jak to uvádí autorka – odchylka prvních či dalších měření na různých elektrodách.

Na základě výše uvedeného posudku diplomovou práci doporučuji k obhajobě a hodnotím ji známkou

„ velmi dobře“

V Pardubicích, dne 27. května 2011



Ing. Eva Svobodová, Ph.D.