

Oponentský posudek na diplomovou práci Bc. Jany PETEROVÉ „Extrakce a stanovení látek obsažených v praších”

Úkolem diplomantky bylo zpracovat literární rešerši týkající se extrakce a stanovení látek obsažených v praších. Cílem experimentální části diplomové práce bylo optimalizovat metodu PFE (vysokotlaká extrakce rozpouštědlem) pro izolaci látek obsažených v bezdýmných praších s následnou analýzou metodou GC/MS a optimalizovanou metodu následně aplikovat na reálné vzorky bezdýmných prachů.

V teoretické části diplomantka zpracovala základní informace týkající se energetických materiálů, mezi které patří i bezdýmné prachy, popsány jsou zde i základní principy vybraných extrakčních a analytických metod použitelných pro analýzy složek bezdýmných prachů.

V praktické části diplomantka prezentuje výsledky optimalizace podmínek metody PFE pro izolaci sledovaných sloučenin, přičemž účinnost extrakce byla srovnávána s konvenční metodou založenou na využití Soxhletova extraktoru. Optimalizované podmínky pak byly aplikovány na reálné vzorky a dosažené výsledky byly opět srovnány s konvenční metodou.

Práce má obvyklé členění a svým uspořádáním působí vcelku přehledným a uceleným dojmem. Je z ní však patrná značná nezkušenost autorky s psaním odborného textu podobného rozsahu. K překlepům a některým i pravopisným chybám se detailně vyjadřovat nebudu, čárky ve větách však často působí tak, jako by byly používány zcela náhodně. Z formálního hlediska by pak šlo práci vytknout fakt, že jsou zde používány duplicitní názvy kapitol (např. kapitoly 3.1.1., 3.2.1, 3.3.1 a 3.4.1 se všechny jmenují „Pevné vzorky”, navíc kapitola 3.4.1 se vyskytuje hned 2x.), a také nevhodné používání zkratk v názvech kapitol (např. kapitola 5.1). Vyskytují se zde i archaické názvy (např. glycerin, isopropanol). Rovněž není dodrženo ani pravidlo, že všechny tabulky i obrázky by měly být ocitovány v textu, aby bylo zřejmé, ke které části textu se tyto vztahují.

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

- Str. 19, 1. odstavce – Podle mého názoru při zjišťování bodu tání a hustoty se již nejedná o smyslové zkoumání, neboť je zde zapotřebí nějaká (byť jednoduchá) instrumentace. Mohla by tedy diplomantka vysvětlit, proč jsou i tyto parametry řazeny do smyslových zkoumání?
- Str. 19, 2. odstavce – Zde je chybně uvedeno, že po TLC nebo PC dochází k extrakci části **absorbentu**, avšak jde o **adsorbent**, což není stejné, a to přinejmenším z hlediska skupenství.
- Str. 20, obr. 1 – Schéma neodpovídá klasickému Soxhletově extraktoru, ale již jeho modifikaci. Je zde chybné pojmenování kohoutu. Principiálně není možné, aby tento sloužil pro odvod produktu, neboť ten se hromadí v destilační baňce. K čemu tedy uvedený kohout slouží?
- Str. 24, 2. odstavce – Je uvedeno, že na Obr. 7 je ultrazvuková vana, avšak na tomto obrázku je pouze ultrazvuková sonda.
- Str. 25 – Na obrázku 8 není vyznačen detektor. V textu ke GC postrádám zmínku o možnosti spojení GC a MS, což vzhledem k využívání GC/MS systémů v diplomové práci považuji za nedostatek. Mohla by diplomantka zdůraznit hlavní výhody MS detektoru ve srovnání s FID?
- Str. 29 – V případě SDME je principiálně nemožné dosáhnout 99,1 % výtěžnosti ani v modu přímého vzorkování, natož pak při použití headspace modu. Rozhodně se tedy nejedná o výtěžnost. Co tedy vyjadřuje ono číslo 99,1 %?

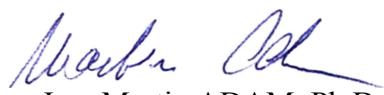
- Str. 33 – Mělo by být uvedeno Merck, Darmstadt, Německo. Jaká je čistota zde uvedených standardů a co se skrývá pod zkratkou DPU, popř. DFU na str. 43 (v práci není nikde uvedeno)?
- Str. 34 – Byla pro GC/MS (2) použita kolona s 10x menším průměrem než u GC/MS (1)?
- Str. 37 – Zde je uveden chybný název extraktoru a jeho specifikace chybí úplně. Správně to je *onePSE* (Applied Separations, Allentown, PA, USA).
- Str. 38, poslední odstavec – U popisu teplotního programu je uvedeno od 80 °C po 10 °C/min do 150 °C a pak stejnou rychlostí do 180 °C. Celková délka tohoto programu pak rozhodně není 32 minut. Jaký tedy byl skutečný teplotní program trvající 32 minut?
- Str. 39 – Zde by měly být uvedeny finální podmínky pro PFE včetně tlaku v Pascalech.
- Str. 40 – Hodnota R^2 není odchylka. Co tedy představuje tento údaj?
- Str. 43 – První 2 odstavce podávají zkreslující informace. Např. ve 3. řádku je uvedeno „odštěpení skupiny $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NO}_2$ o $m/z = 90$ “, avšak m/z této skupiny je 74. V dalším odstavci jsou pak chybné hodnoty např. pro skupinu $-\text{C}_6\text{H}_5\text{H}^+$ (je správně?), což jistě není 167.
- Graf 1-15 – V legendě je chybně uvedeno 15 s jako čas vypouštění extraktu, ale je to čas promývání rozpouštědlem. Tento čas však určitě není 15 min, jak je uvedeno v textu na str. 47. V uvedených grafech postrádám chybové úsečky.
- Str. 56 – Ze závěru vůbec není patrné, že vhodným extrakčním rozpouštědlem je methanol.
- Použitá literatura – Hlavním nedostatkem je nejednotný formát citací (jména, zkratky časopisů, stránkování...). Jako nedostatek hodnotím i příliš velký počet internetových citací (celkem 24).

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší mnoho užitečných poznatků z oblasti analýzy výbušin. Její stavba je logická s odpovídajícím počtem experimentálních výsledků a uvedené připomínky neznehodnocují závěry vyvozené z předkládané diplomové práce.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Bc. Jany PETEROVÉ** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a s přihlédnutím ke kvalitě dosažených výsledků navrhuji hodnocení:

– velmi dobře –

V Pardubicích dne 24. května 2011


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