

Oponentský posudek na diplomovou práci Ing. Kateřiny KNÁPKOVÉ „Stanovení 2-ethylhexylnitrátu v naftě použitím infračervené spektrometrie”

Úkolem diplomantky bylo zpracovat literární rešerši týkající se výroby, vlastností a složení motorové nafty a možností stanovení aditiv v motorové naftě. Cílem experimentální části práce bylo optimalizovat metodu stanovení 2-ethylhexylnitrátu (2-EHN) v motorové naftě metodou infračervené spektrometrie.

V rešeršní části práce, která je až zbytečně zdlouhavá, jsou zpracovány informace o složení motorové nafty, její výrobě a aditivaci z hlediska ovlivnění požadovaných provozních vlastností. Mezi jedno z možných aditiv patří i 2-EHN, což je předmětem této diplomové práce. Pozornost je věnována i problematice bionafty, infračervené spektrometrii a validaci analytických metod, přičemž zvláště kapitola týkající se validace je psaná poměrně obtížně srozumitelným způsobem.

V praktické části jsou shrnuty výsledky pro optimalizaci metody infračervené spektrometrie s Fourierovou transformací (FTIR) pro stanovení 2-EHN v motorové naftě. Pro snímání spekter byla zvolena reflexní metoda ATR. Při stanovení 2-EHN bylo třeba vhodným způsobem eliminovat signál pozadí, a to buď prostřednictvím čisté nafty, nebo nafty s definovaným obsahem biosložky. Metoda byla validována, a to i s využitím Horwitzova přístupu, a aplikována na reálné vzorky.

Co se členění práce týká, tak to není úplně v souladu se Směrnicí č. 9/2012 - Pravidla pro zveřejňování závěrečných prací a jejich základní jednotnou formální úpravu. Experimentální část je v práci uvedena až jako kapitola 6 a je poměrně nepochopitelně sloučena s kapitolou, která by se měla nazývat „Výsledky a diskuse“. Jazykové zpracování práce je na poměrně nízké úrovni, což je zvláště závažné v kontextu toho, že autorka již má titul Ing. V některých případech jsou tak vlivem jazykových chyb (špatné slovesné tvary, chybné čárky ve větách či neúplné věty) prezentované informace obtížně pochopitelné a leckdy i zavádějící. V práci se rovněž vyskytují i chyby typografické, tj. předložky na konci řádků či osamocené řádky na konci či začátku strany.

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

- Str. 10 - Kapitola „Úvod“ je koncipována jako souhrn celé práce a ne jako její uvozující část.
- Str. 12 - Na této straně je citace 15 uvedena ještě před citacemi 4-14, což je chybné vzhledem k nutnosti vzestupného citování použité literatury.
- Str. 13 - Autorka uvádí, že ropa obsahuje „chloridy sodíku, sírany sodíku...“. Mohla by autorka např. uvést, kolik různých chloridů sodíku zná?
- Str. 18 - U tab. 1 se vyskytuje dvojnásobný název tabulky. To samé platí i pro tabulky 5 a 8.
- Str. 20 - Zde je uvedena horní mez výbušnosti nafty 0,6 %, avšak dolní mez je 6,5 %. To jistě není dobře. Mohla by to autorka vysvětlit či upřesnit?
- Str. 23 - nejsou pod pojmy „alkanické a cyklické“ uhlovodíky spíše myšleny uhlovodíky alifatické a cyklické?
- Str. 29 - Poznámka pod čarou je zcela irelevantní (obdobně i na str. 60). Spíše by se měla autorka držet termíny glycerol na úkor dnes již spíše archaického názvy glycerin.
- Str. 30 - V obrázku 3 se vyskytuje chyba v podobě pětivazného uhlíku.
- Str. 39 - Mohla by autorka vysvětlit tvrzení „2-EHN je považován za potenciál znečišťující látky v životním prostředí“?


- Str. 41 - Nemohu se ztotožnit s tvrzením, že infračervená spektrometrie může identifikovat tvar molekul. Prostorové uspořádání molekul pomocí IČ možné není, pouze lze určit typ substituentů a v některých případech i jejich pozici v molekule.
- Str. 43 - jednotka g/l není molární koncentrací.
- Str. 47 - Není mi znám reálný důvod, proč by v případě CCl_4 nešlo měřit při vlnočtech od 1600 do 1500 cm^{-1} (viz poznámka 4 pod čarou). Navíc u poznámky 5 jistě není dobře tvrzení „kromě $3050 - 940\text{ cm}^{-1}$, což by CHCl_3 prakticky vylučovalo jako použité rozpouštědlo.
- Str. 55 - Mohla by autorka vysvětlit rozdíl mezi analytem a stanovovanou složkou?
- Str. 62 - Pokud se v případě termínu „accuracy“ nejedná o číselnou hodnotu, jak jsou tedy uváděny výsledky pro tento ukazatel?
- Str. 66 - Funkce SMODCH.VÝBĚR je funkce používaná při určení směrodatné odchylky pro část dat, která byla právě jako VÝBĚR vybrána z velké skupiny dat. Pro běžný počet dat je vhodnější funkce SMODCH využívající hodnotu n namísto $n-1$ v rovnici (9). V rovnici (10) pak chybí přepočet na % (tj. krát 100).
- Str. 67 - Zná diplomantka i nějaký jiný způsob výpočtu LOQ než dle Horwitzovy rovnice?
- Str. 69 - FTIR spektra by se měla prezentovat ve smyslu klesající energie, tj. s hodnotami osy x od 4000 do 400 cm^{-1} , tedy v obráceném pořadí než je používáno v celé práci.
- V kapitole 6.3 chybí informace o způsobu snímání spekter včetně nastavené hodnoty rozlišení.
- Str. 72 - Výraz $n=6$ obvykle znamená, že hodnota je průměrem ze šesti měření, ne však, že se jedná o pokus č. 6. Tato chyba se vyskytuje v práci opakovaně. Navíc uvádět výsledky s přesností na 7 desetinných míst je vcelku zbytečná přesnost (platí i pro ostatní tabulky).
- Str. 74 - Prezentované kalibrační grafy jsou zbytečně malé, navíc hodnota R^2 se obvykle uvádí na 4 desetinná místa, což je přesnost zcela postačující. Stejný nedostatek je pak u obr. 22.
- Str. 92 - V čem se liší sloupce 2 a 3 od sloupců 4 a 5? Šlo by z uvedené tabulky vyvodit nějaký závěr ohledně kvality testované motorové nafty?
- Seznam literatury - Citace č. 18 a 24, stejně jako citace 5 a 29 jsou duplicitní. Citace 46 je neúplná. Navíc se v seznamu literatury vyskytují i některé méně důvěryhodné prameny, mezi nimiž vyčnívá citace 16 - Televizní noviny Nova.
- Seznam zkratk by měl být uveden spíše na začátku práce, přičemž fyzikální jednotky a chemické vzorce se obvykle za zkratky nepovažují.

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší užitečné poznatky a obsahuje odpovídající počet naměřených dat. Škoda jen, že si autorka nedala víc práce s jejím zpracováním.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Ing. Kateřiny Knápkové** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a navrhuji hodnocení:

– dobře –

V Pardubicích dne 23. května 2014


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