

Oponent: doc. Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice,
Studentská 573, 532 10 Pardubice

Posudek diplomové práce Bc. Michaely Šafránkové
„Analýza vzorků s vysokým obsahem křemíku metodu HR-CS-ET-AAS“

Diplomová práce je zaměřena na problematiku testování možnosti přímé analýzy suspenzí vzorků půd a sedimentů s vysokým podílem křemičitanů pomocí HR-CS-ET-AAS. Klasický postup analýzy na mokré cestě po komplikovaném rozkladu silikátové matrice s použitím agresivních činidel, jako je kyselina fluorovodíková, je nahrazen v praxi ne příliš rutinně rozšířenou suspenzní technikou. Práce je významným krokem směrem k environmentálně šetrným postupům prosazovaným konceptem zelené analytické chemie i z důvodu efektivního využití statistických metod plánování experimentu, jež společně s diskutovanou alternativní metodou přispívají ke snížení časové náročnosti, omezení množství použitých nebezpečných chemikálií i produkce odpadů.

Teoretická část práce řeší problematiku silikátové matrice půd a sedimentů jednak vzhledem k možnostem přípravy vzorků k analýze, jednak z pohledu praktických obtíží, které způsobuje ve formě spektrálních a nespektrálních interferencí v atomové absorpční spektrometrii s elektrotermickou atomizací. Vysoký počet citovaných prací svědčí o obtížnosti rutinního zvládnutí studovaného problému, stálé aktuálnosti tématu a ovšem vysvětluje spíše povrchní zpracování literární části než vyústění do hlubšího rozboru tématu.

Praktická část myšlenkově kopíruje teoretickou. Cestou matematické korekce jsou řešeny konkrétní projevy spektrálních interferencí spojené se silikátovou maticí. Dále je postaven a prakticky realizován a statisticky zpracován experimentální plán založený na sedmi sledovaných parametrech: velikost částic analyzovaného materiálu, obsah glycerolu a kyseliny dusičné v suspenzi, doba sonifikace suspenze, teplota pyrolýzy, teplota atomizace a množství modifikátoru. Výsledková část je logicky členěna a nezbytně doplněna velmi kvalitním statistickým zpracováním dat a názornou grafickou přílohou. Práce je zdařilým příkladem praktického využití faktorové analýzy a metod plánování experimentu.

Komentáře výsledků a závěry jsou jasné.

K práci mám tyto připomínky a dotazy:

1. V práci se bohužel vyskytuje celá řada gramatických chyb, zvláště v psaní mezer mezi čísly a jednotkami a v interpunkčních znaménkách. Nevhodné použití nebo absence čárek ve větách činí text místy obtížněji srozumitelný. Zejména v literární části se autorka nevyhnula vlivu anglického slovosledu původních prací.
2. V kapitole 2.3.2.1 autorka uvádí výhody a nevýhody alkalické fúze jako přípravy vzorku k analýze. Značné množství reagentů používaných v těchto postupech může být zdrojem rozmanitých interferencí v následující analytické koncepci. Je z tohoto pohledu alkalická fúze vhodnou metodou přípravy vzorku před analýzou atomovou absorpční spektrometrií s elektrotermickou atomizací?
3. V teoretické kapitole 2.4 (str. 36) je zmíněn i dále pak ve výsledkové části (kapitola 4.2, str. 58) prakticky použit ke korekci pozadí algoritmus nejmenších čtverců. Teoretické východisko tohoto postupu není v práci uvedeno. Jakým způsobem je korekce konkrétně prováděna?
4. Obrázek 4, str. 51 uvádí schéma tzv. „Multi Tube“ systému. Obrázek by bylo vhodné doplnit o české popisky. Navíc je toto uspořádání v práci nejednotně označováno jako „Multi-tube“, „Multi-tubes“ i „Multitubes“.
5. Obrázek 10, str. 61 představuje XRD spektra certifikovaných referenčních materiálů a vybraných analyzovaných vzorků. Je doplněn komentářem na str. 60, že „reálné vzorky se liší nejen z hlediska obsahu křemičitanů, ale i z hlediska chemické formy... Tuto situaci dobře dokumentuje obr. 10, který zachycuje XRD spektra...“ Obrázek je velmi špatně čitelný a bez podrobnějšího komentáře je obtížné vůbec posoudit jeho obsah, zmiňované rozdíly v matici, a takto ztrácí svoji hodnotu.
6. Jakou informaci nese první věta prvního odstavce kapitoly 4.3.1?
7. Jakým způsobem byly voleny konečné optimální hodnoty parametrů, když nejsou patrné žádné extrémy (maxima či minima) ani z diagramu profilů, odezev a vhodnosti (obrázek 15, str. 74), ani z responsních ploch (obr. 16, str. 75)?
8. Jaká je informace, kterou má nést obr. 17, str. 76? Tato informace se patrně z důvodu velikosti zobrazených 3D spekter CRM a absence popisu os ztrácí.
9. V kapitole 4.6 autorka uvádí dva způsoby určení limity detekce a limity stanovitelnosti jednak z kalibrační přímky, jednak dle IUPAC jako koncentrace odpovídající násobku směrodatné odchylky. Z tabulky 17, str. 79 ovšem není jasné, k jakému způsobu vyhodnocení LOD a LOQ patří.

Vzhledem k obsahu práce mohu konstatovat, že Bc. Michaela Šafránková splnila úkoly vyplývající ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

V ý b o r n ě - m

Pardubice, 25. května 2015

doc. Ing. Anna Krejčová, Ph.D

