

Bc. Tereza Freibauerová

Analýza Cd v kapalných vzorcích nanesených na pevné podložce pomocí spektroskopie laserem buzeného mikroplazmatu (LIBS)

V práci byly studovány možnosti využití spektroskopie laserem buzeného plazmatu LIBS pro stanovení kadmia ve vodných roztocích po nadávkování na pevný nosič. Pozornost byla věnována optimalizaci dávkovacího postupu, výběru vhodného nosiče, sušení, výběru vhodné emisní čáry kadmia a optimalizaci vlastního měření.

V teoretické části se studentka zaměřila na základy techniky LIBS, instrumentaci a rozdíly v buzení laserového mikroplazmatu u vzorků s různým skupenstvím. Teoretická část je zpracována přehledně s dobrou grafickou i textovou úrovní. Citovaná literatura byla vybrána adekvátně k tématu a dokazuje schopnost studentky orientovat se v daném oboru.

Dále práce obsahuje část Experimentální a část Výsledky a diskuze, kde je nejdříve popisován vlastní postup experimentů (výběr vhodných parametrů měření, optimalizace techniky přípravy vzorků, kalibrace) a následně jsou komentovány vlastní výsledky. Tyto kapitoly mohly být dle mého názoru spojeny neboť popis experimentů a výsledky patří k sobě. Navíc zde došlo k poněkud paradoxní situaci, kdy se zde kapitoly se stejným názvem objevují dvakrát (jednou v části Experimentální a podruhé v části Výsledky a diskuze). Přesto je práce zpracována přehledně. Výsledky byly vyhodnoceny odpovídajícím způsobem a okomentovány v textu adekvátně.

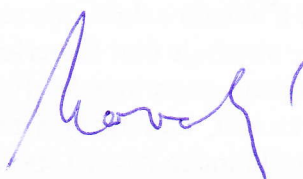
Připomínky: V textu se objevují některé nepřesnosti, které ale nesnižují kvalitu práce nijak významně. Již v názvu a úvodu se objevuje spojení „analýza Cd“, což ale považuji za nesprávné, neboť jde o stanovení Cd (analyzuje se vzorek). Zkratka SBR nevyjadřuje poměr signál/šum (jinak SNR) ale poměr signál/pozadí. Echelle optika je zde uváděna jako Eschelle. I když bylo použito dvoupulzní uspořádání, z práce není zřejmé, jaká byla energie a zpoždění druhého pulzu. Na straně 31 je uvedeno, že je detekována spektrální oblast od 170 do 1100 nm při rozlišení 2048×14 pixelů. Předkládám ale, že rozlišení 2048 pixelů se vztahuje na snímání spektrální interval 30 nm. Na straně 39 je uvedeno že ... C_{cd} je množství Cd nanesené na nosiči v µg. Použití symbolu C pro hmotnost považuji za poněkud nešťastné neboť je tento symbol zavedený pro koncentraci. Na straně 49 se v textu optimalizace sušení komentují grafy č. 6 a 7 ale jde patrně o grafy 5 a 6. V tabulce 25 jsou patrně nesprávně vypočteny výtěžnosti (sloupec Recovery). Za nesprávné rovněž považuji dublování výsledků, kde se objevují stejná data v tabulkách a pak následně v grafech. Výsledky v tabulkách nejsou navíc správně zaokrouhlovány na odpovídající počet platných míst.

Dotazy:

1. Na straně 12 uvádíte, že potřebná energie pro vznik laserem buzeného plazmatu se pohybuje v desítkách kilojoulů. Jak si tedy vysvětlujete vznik mikroplazmatu při použití pulzu laseru v desítkách mJ?
2. Máte nějakou představu o tom, proč poskytoval filtrační a chromatografický papír rozdílné výsledky? V čem se tyto druhy papíru liší?
3. Jaká byla reprodukovatelnost měření při tvorbě 2 D map intenzit Cd při sledování homogenity nanášení? Dá se rozlišit příspěvek nehomogenity rozložení Cd a reprodukovatelnosti samotného měření na signál?

Hodnocení: I přes výše uvedené připomínky považuji práci za kvalitní. Studentka prokázala píli i tvůrčí přístup k experimentům a obdržené výsledky jistě přispějí k dalšímu využití techniky LIBS pro analýzu kapalných vzorků. Detekční limity kolem 0,2 μg Cd při těchto podmínkách považuji za velice slibné. Práci proto doporučuji k obhajobě s hodnocením **výborně-minus**.

V Brně 20. 5. 2015



Doc. Mgr. Karel Novotný PhD.