

Oponentský posudek diplomové práce
Dominiky A. Kolářové:
Kvantifikace modelových sloučenin pomocí ^{14}N NQR – Nukleární Kvadrupólové
Rezonance

.....

Diplomová práce Dominiky A. Kolářové se sestává ze 78 stran. Práce je členěna standardním způsobem do čtyř kapitol. Překvapivě není separátně uvedena pravděpodobně nejdůležitější kapitola „Výsledky a diskuse.“

Tématem práce je potenciální použití ^{14}N NQR jako nedestruktivní metody pro analytické účely. Jedná se o poměrně málo používanou metodu a je třeba ocenit pokus o její zviditelnění. V teoretické části je provedeno srovnání zejména s NMR spektroskopií. Cíle a záměry diplomové práce jsem explicitně uvedeny nenašel.

Pro praktická měření byly použity tři látky: dusitan sodný, urotropin a aminotetrazol hydrát. Byly nalezeny experimentální podmínky, které byly využity pro kvantitativní účely.

Téma práce lze považovat za aktuální, všechny závěry uvedené v diplomové práci jsou odpovídajícím způsobem podloženy experimentálními daty. Při sepisování práce je patrná celkem pochopitelná určitá nezkušenost při sepisování a několik nepřesností, které v práci nemusely být.

K práci mám následující připomínky:

- 1) Str. 16. Mezi nedestruktivní metody se určitě dalo zařadit i NMR
- 2) Str. 18: Mezi isotopy měřitelné pomocí NMR by vzhledem k zaměření práce měl být zmíněn i izotop ^{14}N
- 3) Magický úhel se v NMR počítá ze vztahu $(1-3\cos^2\alpha) = 0$ přesně, nikoliv z $(1-3\cos^2\alpha) \sim 0$
- 4) Str. 21: Fyzikové by asi nesouhlasili, že „Atomové jádro je složeno z nukleonů neboli protonů a neutronů.“ Jedná se o zjednodušení pro účely chemiků.
- 5) Str. 21: Vzorec 1 (stejně jako několik dalších vzorců) pro výpočet se mně v elektronické verzi práce nezobrazil.
- 6) Str. 25: Tvzení, že „ ^{14}N NMR spektra jsou pro strukturní studie v NMR se stávají spektra nepoužitelnými“ není správné. Existují tisíce prací, které vyvracejí toto tvrzení, ikdyž lze nepochybně souhlasit s tím, že použití ^{15}N NMR spektroskopie je efektivnější pro studium jemných strukturálních vlivů.
- 7) Str. 26: planckova konstanta je nazvána podle Plancka, takže s velkým písmenem na začátku.
- 8) Komentář „...šum se částečně vyruší“ není šťastný. Princip je takový, že poměr signálu k šumu roste s druhou odmocninou z počtu pulzů.
- 9) Str. 33: Principem Fourierovy transformace je převod z časové domény do domény frekvenční. V podstatě se jedná o harmonickou analýzu: přiřazení intenzit odpovídajícím frekvencím.
- 10) Str. 45: Problém dlouhé mrtvé doby je zejména v tom, že u širokých signálů (tj. s rychlou relaxací) se deteguje už jen zbylá část FID (ta, která ještě nestačila odrelaxovat) a tudíž vzniknou problémy při kvantitativní analýze, která je pak nepřesná.
- 11) Str. 48: Obrázek 25 je z chemického hlediska zcela chybný.
- 12) Str. 49: U velikosti částic chybí měřítko.
- 13) Str. 50 a dále: Domnívám se, že by bylo velmi užitečné uvést doby měření u všech měření, i když jsem si vědom údajů uvedených na str. 71.
- 14) Str. 66, Obrázek 45: U tetrazolu budou velmi pravděpodobně existovat tautomerní formy.

- 15) Z mého pohledu je poměr signálu k šumu ve většině spekter pro **kvantitativní** účely nízký. Chápu snahu o co nejkratší dobu měření, ale neméně důležitým parametrem je i dobrá kvalita získaných spekter. Pro NMR spektra jsou zcela běžné experimentální časy v hodinách.
- 16) Postrádám komentář k obecnosti použití studované metody pro ^{14}N izotop obsahující strukturně neznámý vzorek.
- 17) Problémem k rozšíření metody by mohlo být množství vzorku potřebné k měření v desítkách až stovkách miligramů vzorku. U většiny jiných analytických metod je toto množství o mnoho řádů menší. To ovšem logicky není problémem nebo chybou diplomantky.
- 18) Diplomová práce byla koncipovaná jako porovnání NQR a NMR. Proto bych očekával, že získané výsledky budou porovnány s publikovanými NMR daty pro analyzované látky.

Na základě výše uvedených skutečností doporučuji práci Dominiky A. Kolářové k obhajobě a hodnotím oponovanou diplomovou práci známkou

C.

Prof. Ing. Antonín Lyčka, DrSc.
Výzkumný ústav organických syntéz a.s.
Rybitví 296
533 54 Rybitví

V Pardubicích 25.5.2019