

# OPONENTSKÝ POSUDEK NA DIPLOMOVOU PRÁCI

**Autor:** Bc. Tomáš MAREK

**Název práce:** GC-MS stanovení nitrosloučenin

Úkolem diplomanta bylo zpracovat literární rešerši zaměřenou na stanovení aromatických nitrosloučenin pomocí plynové chromatografie. Cílem experimentální části práce bylo optimalizovat metodu pro stanovení uvedených látek metodou GC-MS se zaměřením na dosažení co největší citlivosti, prověřit možnosti využití různých způsobů ionizace a ověřit použitelnost navržené metody na uměle kontaminovaných a reálných vzorcích.

V teoretické části je důraz kladen na charakterizaci aromatických nitrosloučenin a především na jejich stanovení metodami založenými na GC-MS. Uvedeny jsou základní charakterizace výbušnin a pozornost je věnována i potenciálně využitelným extrakčním technikám pro izolaci sledovaných nitrosloučenin. V neposlední řadě je zde diskutována i možnost náhrady methanu za isobutan pro chemickou ionizaci při GC-MS stanovení.

V praktické části diplomant prozkoumal možnosti různých ionizačních technik při GC-MS, a to konkrétně PCI (pozitivní chemická ionizace), NCI (negativní chemická ionizace) a SEI (simultánní elektronová ionizace). Na základě analýz 14 nitrosloučenin byla jako nejvýhodnější vyhodnocena metoda NCI. Dále byl otestován isobutan jako reakční plyn, avšak jeho využití pro rutinní analýzy se jako vhodná alternativa neukázala kvůli rychlejšímu znečištění iontového zdroje, než v případě methanu. Navržená metoda byla následně částečně validována dle ISO 9000 a aplikována na reálných vzorcích získaných při odpalech směsí nitrolátek s chlorečnanem draselným, chloristanem draselným nebo chloristanem amonným, přičemž u 8 z 9 vzorků byla skutečně detekována rezidua sledovaných nitrolátek.

Práce má obvyklé členění a svým uspořádáním působí vcelku přehledným a uceleným dojmem. Je z ní však patrná značná nezkušenost autora se psaním odborného textu takového rozsahu. Mezi nejčastější chyby patří chybějící nebo nevhodně umístěné čárky ve větách, někdy dokonce i nevhodné rozdělení jednoho souvětí na více, avšak dle konstrukce vět jde prokazatelně o pokračování daného souvětí (např. kap. 2.4). Navazující věta pak jazykově nedává smysl. Vyskytují se zde často i chybné slovesné tvary (např. str. 23 „...většina vědeckých publikací**ch**, věnující se...“ namísto „...většina vědeckých publikací věnující**ch** se...“) a dokonce i pravopisné chyby (např. str. 31 „Ty totiž splňovali (správně splňovaly)...“. Nepříliš dobrým dojmem působí i poměrně nízká kvalita obrázků, a to prakticky všech v teoretické části práce. Citace v seznamu literatury nejsou úplně jednotné (nejednotné písmo a různý způsob uvádění křestních jmen, resp. iniciál autorů) a některé z nich (např. cit. 42–44 se zdají být neúplné - chybí www adresa nebo město vydání. Co se dosažených výsledků týká, tak lze říci, že tyto výsledky jsou kvalitní a mohou být základem pro publikaci v odborném periodiku. V této souvislosti lze prohlásit, že výsledková úroveň práce významně převyšuje úroveň jazykovou.

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

- Seznam zkratk - Proč je pro pozitivní chemickou ionizaci v celé práci používána zkratka SCI, když z definice zkratky v ČJ i AJ by se nabízela zkratka PCI?
- Str. 21 - Mohl by diplomant vysvětlit tvrzení, že při LLE se nejčastěji používá voda v kombinaci s nepolárním organickým rozpouštědlem? Tato směs asi netvoří extrakční rozpouštědlo, že?

- Str. 22 - V kapitole o SFE jsou uvedeny pouze výhody dané metody. Mohl by ale diplomant prezentovat i případné nevýhody SFE?
- Str. 23 - Zde je zmínka o molekulárně potlaštěném křemičitanovém sorbentu. Jedná se o sorbent založený na MIP, tedy molekulárně vtištěném polymeru?
- Str. 30 - Poslední odstavec je nesrozumitelný. Mohl by diplomant zde uvedené tvrzení vysvětlit?
- Str. 32 - Desetinné tečky (viz Tab. 2) nejsou v ČJ povoleny.
- Str. 33 - Výsledky na Obr. 12 nesouhlasí s tvrzením, že výsledky s využitím PCI a MS/MS jsou pro všechny látky téměř stejné. Dle mého názoru jsou rozdíly u většiny látek dobře viditelné.
- Str. 39 - Opravdu je kvadrupól sestavený ze 4 tyčí o průměru 20–30 cm? Nejde náhodou o jiný rozměr než o průměr?
- Str. 42 - Postrádám informaci o čistotě standardů nitrosloučenin.
- Str. 46 - Teplotní nárůst (Tab. 7) je v jednotkách °C/min, ale ne ve °C.
- Str. 46 - U Obr. 22 chybí popisky os. Toto lze tvrdit téměř o všech chromatogramech v celé práci.
- Str. 47 - Je nutné uvádět retenční čas s přesností na tisícinny minuty? Jaká byla reprodukovatelnost retenčních časů?
- Str. 56 - Na základě čeho byly voleny hodnoty 1,5 a 2,5 kV pro napětí na detektoru?
- Str. 57 - Dle mého názoru by jako 100 % měla být použita teoretická (10 mg/l), nikoli spočítaná (10,07 mg/l) koncentrace. Kladné hodnoty odchylek (viz přílohy 84–97) pak značí vyšší a záporné nižší naměřené hodnoty vůči hodnotám teoretickým (což v přílohách odpovídá).
- Str. 57 - Tabulka 13, resp. přílohy 33–82 - některé kalibrační závislosti se skládají pouze ze tří bodů. Je to dostatečný počet pro validovanou metodu? Nebylo možné nějaké body doměřit?
- Str. 59 - Dělení tabulky 15 na více stránek je realizováno nevhodným způsobem. Na další straně chybí název tabulky a její záhlaví a např. výsledky pro NB v rozsahu 0,0025–0,05 mg/l by měly být na stejné stránce, jako ostatní kalibrační závislosti pro stejnou sloučeninu.
- Str. 59 - V textu nad tabulkou 15 je uvedeno, že by zde měly být i hodnoty meze detekce, avšak nejsou. Byly hodnoty LOD vůbec vyhodnocovány?
- Str. 61 - Hodnota  $x$  u prvního výpočtu by měla být 0,001 mg (nikoli 0,003 mg), čemuž pak odpovídá výsledek 6,67 mg/l (hodnotě 0,003 mg by odpovídalo 20 mg/l).
- Str. 66 - Čím se liší záznamy prezentované různými barvami - jde o 3 analýzy nebo o 3  $m/z$  ionty? To stejné platí i pro Obr. 29–32.

Přes výše uvedené připomínky lze konstatovat, že práce přináší velmi cenné poznatky z oblasti analýzy aromatických nitrosloučenin, její stavba je logická a s přiměřeným počtem experimentálních výsledků.

Závěrem konstatuji, že předložená diplomová práce **Bc. Tomáše MARKA** splňuje požadavky kladené na diplomové práce, doporučuji ji k obhajobě a navrhuji hodnocení:

– C –