

Posudek oponenta na diplomovou práci

Autor diplomové práce: **Bc. Kateřina Horová**

Název diplomové práce: **UV-FOTOCHEMICKÉ GENEROVÁNÍ TĚKAVÝCH SLOUČENIN KADMIA PRO DETEKCI ATOMOVĚ SPEKTROMETRICKÝMI METODAMI**

Studijní obor: Analytická chemie

Označte křížkem (D je nejhorší A je nejlepší)	D	C	B	A
Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění ▪ Cíle práce jsou jasně formulované a dosažené výsledky jsou jim odpovídající.			×	
Originalita práce ▪ Práce přináší původní vědecké výsledky.				×
Přínos práce pro analytickou chemii ▪ Práce výrazně vylepšuje dosavadní analytické postupy.				×
Forma členění práce ▪ vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek				×
Zpracování úvodu k řešení problematice ▪ informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury			×	
Zpracování experimentální části práce ▪ kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik			×	
Zpracování výsledků práce ▪ způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů		×		
Jazyk a stylistická úroveň práce	×			
Formální provedení práce ▪ tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp.		×		
Celkové zhodnocení práce, A–D ▪ mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky			×	

K předložené diplomové práci mám následující připomínky a dotazy:

- Práce zpracovává značné množství experimentálních dat i údajů z literatury. Rozsah 94 stran je příčinou většího počtu nedokonalých výrazů, které jsem objevil. Velmi kladně hodnotím úsilí autorky o objasnění mnoha jevů, se kterými se při jedinečném výzkumu potýkala. Název práce je dle mého názoru až příliš široký vzhledem k obsahu práce.
- V práci jsou často nejednoznačně identifikovány specíe, jejichž vliv na stanovení Cd byl studován. Bylo by vhodnější (např. v grafu na Obr. 4.27 na str. 78) specifikovat, o jaké ionty, zejména v případě železa a kobaltu, se v modelových roztocích jednalo.
- Rovnice chemických reakcí (9) a (11) na str. 21-22 nejsou uvedeny správně. V Obr. 4.1 na str. 46 jsou uvedeny nesprávné jednotky veličin obou os. Na str. 47 si odporují údaje o koncentraci Cd^{2+} v textu a v popisu obrázku. Na str. 61 jsou nesprávné vzorce seleničitanu a teluricitanu sodných, na str. 72 odkaz na neexistující oddíl 3.4.1 a nesprávná nejvyšší použitá koncentrace Tritonu X-100.
- Práce obsahuje překlepy a nepříliš významné formální nedostatky, např.: různá odsazení prvních řádků odstavců; nejednotnost formátu odkazů na použitou literaturu; nevysvětlené zkratky „o.d.“ a „i.d.“; opakování čísel rovnic (22) a (23) na str. 25 a 43; Obr. 4.27 na str. 78 má jednu osu grafu popsanou slovy a druhou symbolem veličiny.
- Práce obsahuje stylisticky nedokonalá vyjádření. Z toho důvodu není kapitola 2.3 příliš srozumitelná. Z nejzávažnějších vybírám např.: „odezva signálu“; zařazení vyšších limitů detekce mezi výhody UV-PVG; častá záměna nezávislé a závislé proměnné; Se^{5+} , Te^{5+} ; zařazení kobaltu, niklu a mědi mezi hydridotvorné prvky.

Posudek oponenta na diplomovou práci

1. Proč bylo ve Vaší diplomové práci důležité spojení UV-fotochemického generování těkavé specie kadmia právě s atomovou fluorescenční detekcí?
2. Jakou těkavou specii kadmia jste podle Vašeho názoru UV-fotochemicky generovala? Zaznamenala jste nějaké skutečnosti, které tuto hypotézu podporují?
3. Proč jste zkoumala vliv iontů jen některých hydridotvorných prvků na stanovení kadmia? Mohou interferovat i ionty ostatních hydridotvorných prvků?
4. Na str. 13 jste ve druhém odstavci napsala: „Sloučeniny kadmia se vyskytují ve formách CdX_2 .“ Co znamená ono ve vzorci použité X?
5. Jak v souvislosti s generováním těkavých sloučenin definujete analyt?
6. Používala jste i jiné spojky hadic a trubic než ty ve tvaru písmene T? Z jakého materiálu byly spojky, které jste používala?
7. Jaký byl vnitřní a vnější průměr v UV-fotochemickém reaktoru použité křemenné kapiláry o délce jednoho metru? Na str. 38 jsou totiž uvedeny pouze charakteristiky dvou různých PTFE hadiček.
8. Str. 39-43: Obsahovaly Vámi používané roztoky vzorku také fotochemické činidlo? Byla pro odstranění vlhkosti z plynné fáze použita sušící trubice atomového fluorescenčního spektrometru?
9. Bylo by podle Vašeho názoru možné využít zvýšení signálu ve tvaru píků pozorované při přendávání hadiček z roztoku do roztoku (a popsané na str. 45) pro zvýšení citlivosti stanovení kadmia?
10. Str. 50-51, Obr. 4.4 a Obr. 4.5: Byl změřen i signál pro nulovou koncentraci fotochemických činidel? Byly ony popisované „falešné signály“ pozorovány i u slepých pokusů bez Cd^{2+} v roztoku?
11. Str. 57, Obr. 4.10: Jaký jste měla důvod nezvyšovat průtok vodíku nad $120 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$?
12. Jaké koncentrace Cd^{2+} měly roztoky, s jejichž pomocí jste zjišťovala LOD a LOQ postupů charakterizovaných v Tab. 4.1-4.3? Jakou veličinou jste vyjadřovala uvedenou opakovatelnost?
13. Jaký atomizátor jste použila při zjišťování možné spektrální interference železa pomocí ContrAA700?
14. S ohledem na velikost průtokové rychlosti nosného plynu UV-fotoreaktorem $200 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ mi, prosím, vysvětlíte, jak může průtoková rychlost kapaliny tenkou kapilárou ovlivňovat signál tak výrazně, jak znázorňuje Obr. 4.17. Jedná se mi hlavně o vysvětlení nízkých intenzit fluorescence při nízkých průtocích kapaliny na základě možnosti opětovného rozkladu těkavé sloučeniny v kapalně fázi použité ve Vaší diplomové práci na str. 66.
15. Jsou neblahé vlivy kyselin chlorovodíkové, sírové i dusičné popsané v oddílu 4.3.1 vysvětlitelné jediň a pouze interferencí Cl^- , SO_4^{2-} a NO_3^- nebo je možným vysvětlením i pokles pH roztoku?
16. Zjišťovala jste, jak velký by byl synergický efekt Fe^{2+} , Co^{2+} a Ni^{2+} na získaný fluorescenční signál kadmia, pokud by všechny tyto ionty byly přítomny v koncentracích maximálně zvyšujících odezvu?
17. Jakou odhadujete opakovatelnost zjištěných účinností? Popište mi, prosím, tento experiment podrobněji pomocí konkrétních údajů o jímaných objemech a časovém sledu událostí.

Předloženou diplomovou práci **doporučuji** / ~~nedoporučuji~~ k dalšímu řízení.

V Praze, dne 24. 5. 2019

.....
RNDr. Václav Červený, Ph.D.