

Posudek oponenta na bakalářskou práci

Autor: Tomáš Mlejnek
Název: STANOVENÍ VYBRANÝCH PŘECHODNÝCH KOVŮ METODOU ELEKTROCHEMICKÉHO GENEROVÁNÍ TĚKAVÝCH SLOUČENIN S DETEKČÍ AAS
Studijní obor: Chemie v přírodních vědách
Katedra analytické chemie

Ohodnocení kvality práce (nejhorší (D) → nejlepší (A))	D	C	B	A
Definování cílů práce a kvalita jejich splnění				A
Originalita práce (přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému ; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení)				A
Přínos práce pro analytickou chemii (zcela nová metodika; vylepšení dosavadních analytických postupů ; je variantou používaných analytických postupů; využívá standardních analytických metodik a postupů pro řešení problémů z jiných oborů)				A
Forma členění práce (vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek)				A
Zpracování úvodu k řešené problematice (informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury)			B	
Zpracování experimentální části práce (kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik)			B	
Zpracování výsledků práce (způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů)			B	
Jazyk a stylistická úroveň práce - Formální provedení práce (tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp.)		C		
Celkové zhodnocení práce, A-D (mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky)			B	

Konkrétní otázky a připomínky k práci tvoří přílohu k tomuto dokumentu, nemají za cíl autorovi cokoli vyčítat, ale spíše poradit, čeho se má při svém dalším psaní vyvarovat.

Posudek vypracoval

Datum: 4. 6. 2013

RNDr. Václav Červený, Ph.D.

Posudek oponenta na bakalářskou práci

Příloha 1 – Formální připomínky:

- 1) Práce obsahuje překlepy a jiné jazykové nedokonalosti jako např. chybu v anglickém názvu práce, kde nemá být „selective“ ale „selected“; v abstraktu na str. 4 a pak mnohokrát v celé práci je použit pojem „koncentrace elektrolytu“, čímž je zřejmě míněna koncentrace kyseliny (nejčastěji HCl) v jejím vodném roztoku, který je majoritní složkou elektrolytu podléhajícího elektrolýze v bezmembránové průtokové elektrolytické generační cele, označené v anglickém abstraktu na str. 5 „on-membrane electrolytic cell“, autorovi zde tedy vypadlo první písmeno „n“; v seznamu zkratk na str. 9 je uvedeno, že zkratka „EcG“ znamená „elektrochemické uspořádání“ – mělo by být spíše „elektrochemické generování“.
- 2) Na str. 11-12 autor napsal: „U elektrochemického generování dochází k redukcí analytu průchodem elektrického proudu v prostředí velmi čistých minerálních kyselin.“ Dále v práci uvádíte, že generování těkavých „forem“ mědi, niklu a zinku probíhalo ve vodném roztoku o koncentraci $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HCl. Není v tomto případě v roztoku více vody než HCl?
- 3) Na str. 11 jste dále napsal: „Cílem předkládané bakalářské práce bylo experimentálně zjistit, jestli lze pomocí elektrochemického generování vygenerovat těkavou sloučeninu mědi, niklu a zinku.“ Jedná se skutečně o jednu jedinou sloučeninu mědi, niklu a zinku zároveň, která je těkavá? K tomu se váže další výňatek Vašeho textu: „Za optimálních podmínek byly zjišťovány základní parametry pro elektrochemické generování daných prvků.“ Generoval jste těkavou sloučeninu nebo prvky? Jaké to byly základní parametry elektrochemického generování, které jste musel odhalit?
- 4) Vysvětlíte nám, prosím, pojmy „katolyt“ a „anolyt“, které v práci od str. 15 běžně používáte.
- 5) Str. 12 „První záznamy o této metodě byly registrovány v roce 1861, kdy byly publikovány dva články o elektrochemickém generování arsenu a antimonu. Další články pojednávající o této metodě se objevily až na přelomu 70. a 80. let devatenáctého století, kdy bylo zveřejněno několik metod pro stanovení cínu a arsenu, za použití dávkového hydridového generátoru v kombinaci s atomovým absorpčním a atomovým fluorescenčním spektrometrem.“ Jednalo se o elektrochemické generování arsanu (arsenodíku) a stibanu (antimonodíku). Na přelomu 70. a 80. let devatenáctého století ještě žádné atomové absorpční ani fluorescenční spektrometry neexistovaly. Články pana Rigina jsou z let 1977-1979, tj. ze století dvacátého. Takto nesprávně jste citoval ze dvou přehledových článků, přičemž u Vaší citace č. 2 máte navíc chybně uvedeno číslo svazku 338, které má být 388.
- 6) Str. 31 „Elektrolyt H_2SO_4 obsahující vzorek mědi měl nulový signál a u roztoku HNO_3 byla získaná odezva velmi nízká a mohla být zaměněna se signálem šumem přístroje. Následující experimenty byly dále prováděny pouze s elektrolytem HCl.“ Možná by byla vhodnější např. formulace: „Elektrolyt s H_2SO_4 obsahující vzorek mědi měl nulový signál a u roztoku HNO_3 byla získaná odezva velmi nízká a mohla být zaměněna se šumem přístroje. Následující experimenty byly dále prováděny pouze s elektrolytem obsahujícím HCl.“ Obdobně nepřesně vyjadřujete obsahy kyselin v elektrolytech na str. 38 v kapitole 4.3.1 a na str. 42-43 v kapitole 4.3.5 a v závěru práce na str. 54.
- 7) Str. 23: „Mez detekce (LOD – limit of detection) udává nejnižší možný získaný signál, který ještě lze rozlišit od šumu s dokazatelným množstvím analytu ve vzorku.“ Možná by byla vhodnější formulace: „Mez detekce (LOD – Limit of Detection) udává nejnižší možnou koncentraci analytu ve vzorku, která poskytne signál, který lze rozlišit od šumu.“
- 8) Str. 24, kapitola 2.9.3 Opakovatelnost: Zde je uveden chybný odkaz na rovnici 2.2, má být 2.1.
- 9) Str. 25-26, kapitola 3.2: Chybí informace o čistotě Ar používaného jako inertní nosný plyn.
- 10) Str. 35: V předposlední větě by měla být napsána hodnota koncentrace měďnatých iontů v druhém kalibračním roztoku $50 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$ místo uvedených $25 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$, které nesouhlasí s grafem na Obr. 4.4.

Posudek oponenta na bakalářskou práci

- 11) Str. 35, kapitola 4.1.7: Obsahu kapitoly by více odpovídal název „Shrnutí základních charakteristik stanovení mědi“ než použitý nadpis „Shrnutí základních charakteristik mědi“.
- 12) Str. 38, Obr. 4.5: Nejedná se o „Závislost absorbance na zvoleném elektrolytu“, ale o závislost absorbance na čase (časový průběh absorbance, popř. časový záznam signálu) pro zvolené kyseliny v elektrolytu.
- 13) Str. 43, Obr. 4.9: Pod tímto grafem závislosti absorbance na koncentraci HCl v elektrolytu by asi nemělo být napsáno, že $c_{\text{HCl}} = 1,0 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.
- 14) Str. 44, Tab. 4.3: Domnívám se, že vhodnější by byl název „Optimální podmínky pro elektrochemické generování těkavé formy zinku“.
- 15) Str. 55: 12 je z časopisu „Talanta“ a nikoli „Talanda“. Článek citovaný pod číslem 18 jsem nebyl schopen najít. Skutečně jste tento článek četl?

Příloha 2 – Zvídavé otázky oponenta:

- 1) V kapitole 2.1 na str. 12 jste napsal: „V současné době se metoda elektrochemického generování těkavých sloučenin používá především pro tvorbu těkavých hydridů prvků čtvrté, páté a šesté hlavní skupiny periodické tabulky. Nejčastěji jsou generovány hydridy arsenu, bismutu, germania, teluru, selenu, cínu, olova a antimonu. Tuto metodu lze však více méně použít i pro generování různých forem prvků, substituované hydridy a jiné sloučeniny, jako např.: karbonyly a cheláty. Za povšimnutí také stojí generování studených těkavých par rtuti a kadmia¹.“ Je možné elektrochemicky generovat karbonyly a cheláty pro analytické účely?
- 2) V kapitole 2.7.2 na str. 20 jste napsal: „Avšak odtah ze separátoru musí být vyšší než přívod elektrolytu z cely a tím dochází ke ztrátám hydridu. ... Této nevýhodě lze předejít pouze diskontinuálním módem operace separátoru³.“ Skutečně musí být odsávání kapalně fáze vyšší než její přítok a proč? Co znamená „diskontinuální mód operace separátoru“?
- 3) V kapitole 2.8 na str. 21 jste napsal: „Detekční limity těchto prvků pro FAAS jsou přibližně následující: 0,008; 0,058 a 0,003 mg l^{-1} pro měď, nikl a zinek.“ Uvedené hodnoty mi připadají cca o 3 řády nižší, než je u FAAS obvyklé. Naše přístrojové manuály např. uvádějí, že mez detekce při použití FAAS pro měď je cca $0,6 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$, pro nikl cca $1 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$ a pro zinek $0,1 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$. U metody ETAAS jsou Vámi uvedené detekční limity již řádově ve shodě s obvyklými hodnotami. Získal jste tyto údaje vlastním měřením nebo jste je odněkud převzal?
- 4) Ve Vaší práci jsem se to nedočel. Jaké jste používal šířky spektrálních intervalů pro stanovení Cu, Ni a Zn?
- 5) Otázka se vztahuje k Obr. 4.1 na str. 32. Co Vám bránilo měřit s ještě vyšším průtokem argonu než $100 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ zaváděného jako nosný plyn do toku elektrolytu před vstup do generační cely?
- 6) V kapitole 4.1.5 na str. 35 jste napsal: „Optimálním elektrolytem byl zvolen roztok HCl o koncentraci $1,0 \text{ mol l}^{-1}$.“ Optimalizoval jste i koncentraci HCl v tomto elektrolytu? V teoretické části práce jste psal o přednostech bezmembránových elektrolytických generačních cel spočívajících v robustnosti vůči vysokým koncentracím kyselin v používaných roztocích. Proč jste je nevyzkoušel?
- 7) Co vyjadřuje „korelační faktor“ v Tab. 4.2 a Tab. 4.4 a jak jste určil jeho hodnotu?