

Posudek bakalářské práce

Autor: Petr Menzel

Studijní program: Specializace v pedagogice – Chemie se zaměřením na vzdělávání a
Výchova ke zdraví se zaměřením na vzdělávání

Vysoká škola: Pedagogická fakulta Univerzity Karlovy

Oponentka: Ing. Mgr. Štěpánka Hrdličková Kučková, Ph.D.

Název bakalářské práce:

Vybrané metody plynové chromatografie v laboratoři organické chemie

Autor si zvolil aktuální téma kontroly čistoty studentských preparátů vytvořených v rámci Laboratoří z organické chemie. Jako testovací metodu si zvolil plynovou chromatografií s plamenově ionizačním detektorem a velmi ambiciózně se pokusil i o teoretický úvod k této metodě.

Po stránce formální je práce vyhovující. Není zatížena překlepy či gramatickými chybami a její rozsah je rovněž vyhovující. Avšak často se opakují názvy oddílů, které popisují stejnou problematiku. Jedná se zejména o oddíly 2.3.5 Zobrazení výsledků a 2.4 Chromatogram, oddíl 2.3.1 Příprava vzorků a 2.3.2 Aplikace vzorků, oddíl 2.3.4 Detekce vzorků a 2.5.5 Detektor. Struktura práce tak není příliš logická ani přehledná. Samotný text je psán neobratně a mnohdy nelogicky, kdy bývá zaměňována příčina a následek. Velmi často dochází k opakování informací, text je následně rozvleklý a nevýstižný. U práce s tak nosným tématem by rozhodně nemělo být zapotřebí „nahánět“ počet znaků za takovou cenu. Dosažené výsledky nejsou přehledně zpracovány. V oddílu 3.1.3 Výsledky chybí uvedení retenčních časů (a redukovaných retenčních časů) standardních látek a látek měřených v analyzovaných modelových směsích i samotných studentských preparátů. Dále není uveden počet opakování analýz a následně i uvedení odchylky měření od zprůměrovaných hodnot. Část těchto hodnot je uvedena v oddílu 3.1.3 a větší část je uvedena až v sekci *Přílohy*.

V práci je uvedeno 81 literárních zdrojů, nicméně při bližším pohledu zjistíme, že skutečný počet odkazů je mnohem nižší. Důvodem je mnohonásobné opakování některých odkazů.

Např. publikace „Grob RL a Barry EF, *Modern practice of chromatography*“ je citována celkem 40krát. Další odkaz „*Trajan scientific and medical*“ je citován 3krát atd.

Seznam použité literatury je nejednotně sestaven (někde jsou uváděna celá křestní jména někde pouze iniciály, dále je zpřeházeno pořadí křestních jmen a příjmení) u internetových odkazů chybí datum jejich navštívení.

U obdobně zaměřených prací bývá cílem uvedení jedné metody/teplotního programu, kterým by bylo možné změřit všechny analyzované vzorky. Nicméně v tomto případě bylo úkolem zajistit rozmanitost návodů na obsluhu plynového chromatografu a tento cíl byl splněn.

Připomínky a dotazy:

Klíčová slova by měla být vybrána příležitostně k tématu zadané práce a řazena abecedně.

Úvod

Je nutné podrobně vysvětlovat chemikům rozdíl mezi kvalitativní a kvantitativní analýzou?

V úvodu není nutné upozorňovat na Velký chemický slovník; jistá úroveň znalosti anglického jazyka je u vysokoškolsky vzdělaných osob předpokládána.

Teoretická část

Úvodní věta textu (2.1) by neměla čtenáře odkazovat na později psanou část práce (2.2.1): „Jak je pojednáno v části, která se věnuje historii chromatografie, tak slovo chromatografie má co do činění s barevností.“

Neobratný text: první věta oddílů (2.2.1) má 6 řádků.

Příčina a následek (2.2.1): „Vzhledem k tomu, že se jednalo o metodu, která využívala separace barevných pigmentů, tak se tento vědecký pracovník zasadil o používání názvu této metody.“

Nejednotnost vyprávěné linie (2.2.2): „...sahaly počátky plynové chromatografie o něco hlouběji do minulosti. Za úplně první období, ve kterém můžeme o této metodě hovořit, se dá považovat rok 1834, v kterém Friedlieb Ferdinand Runge používá neglazovaný papír a kousky látky pro testování směsí barviv a rostlinných extraktů.“

Vysvětlíte princip pěnové chromatografie; jedná se o chromatografii planární či sloupcovou?

Str. 16 Extrakce kapalina-kapalina

- není nejběžnější extrakční metodou, se kterou se studenti setkávají. Můžete uvést příklady jiných typů extrakcí, které provádíte (mimo laboratoř) pravděpodobně každý den?

Str. 17, Tabulka 2

Jakým způsobem se provádí extrakce pomocí superkritické kapaliny? Nikoliv, jak uvádíte „extrakce superkritické kapaliny.“

Str. 18

„...rozmělnění^A...“ Na příslušné stránce není vysvětleno označení A.

„... v protiproudých operacích^B...“ Na příslušné stránce není vysvětleno B.

Vysvětlivky jsou nečekaně uvedeny až na stránce 71.

Str. 22 Rovnice 1

Str. 23 Rovnice 2

Chybí popis veličin a jejich jednotek, které vystupují v rovnicích

Str. 25

Na této stránce uvádíte netradiční dělení detektorů na ty, které kvantifikují vzorek a ty, které provádí kvalitativní analýzu. Můžete uvést pro jednotlivé skupiny příklady?

Str. 27, obr. 6

Jak se správně zakresluje amplituda šumu?

Str. 31–32.

Vysvětlíte pojem „vícedimenzionální plynová chromatografie.“

Jaké jsou dnes obvyklé rozměry používaných náplňových a kapilárních kolon v plynové chromatografii?

Neměly by být uváděny odkazy na obrázek: „... na obrázku (Obrázek XY)“ nebo „... na grafu (Graf XX).“ Plně dostačuje odkaz: „...na obrázku XY“ nebo „...na grafu XX.“

Tabulky by měly být pokaždé přizpůsobeny okolnímu textu a pokud možno, tak by měly být uváděny pouze na jedné stránce, pokud se na ni celé vejdou. V tabulkách se uvádí desetinné čárky a ne tečky (např. tabulka 6).

Oddíl 2.5.5 Detektor

Ve výčtu používaných detektorů chybí dnes nejpoužívanější – hmotnostní detektor.

Co je zdrojem záření β v detektoru elektronového záchytu?

Oddíl 2.6 Výhody a nevýhody

Píšete zde o citlivosti fosforového detektoru, který do té doby nebyl v práci zmíněn. Můžete vysvětlit jeho princip?

„Vysoká separační schopnost umožňuje v dlouhých kolonách rozdělit i vysoce viskózní kapaliny.“ U plynové chromatografie je mobilní fáze a společně s ní i vzorek v plynné fázi.

Praktická část

Oddíl 3.1.1 Metody

Oddíl znovu popisuje použitý chromatograf a kolonu (již popsáno v 3.1), ale chybí zde hodnoty aplikovaných průtoků použitých plynů apod.

Oddíl 3.1.3 Výsledky

Tabulka 8 nepopisuje dobře průběhy teplotních programů. Např. pokud je počáteční teplota 30 °C a vzestup teploty 35 °C s dobou měření 11 minut (1 minuta začátek měření), pak by konečná teplota měla být 380 a ne 120 °C.

V práci není vysvětleno, proč byly připraveny modelové směsi organických látek v uváděných poměrech. Jakým způsobem bylo zjišťováno poměrové složení směsí? Postup není v práci uveden.

Na grafech (1 až 7) uvádíte přesnost změřených hodnot na tři desetinná místa. Jak moc považujete zmíněnou přesnost za spolehlivou?

U všech uvedených chromatogramů chybí popis os a jednotky příslušných veličin.

V práci byly analyzovány produkty 7 úloh převzatých z laboratoří organické chemie. Proč ale uvádíte jejich číslování 1 až 8 s chybějícím číslem 4?

Diskuse

V diskusi uvádíte jako drobné odchylky rozdíly mezi naměřenou a očekávanou hodnotou v poměrech složení analyzovaných směsí např. 16, 17, 18 %. Rozdíl ve složení směsi o 1/6 až 1/5 nepovažuji za drobnou odchylku.

Uvádíte, že bylo problematické odebrat mikropipetou 50 μl . Na vině nejspíš nebude problém jen s netěsností použitých špiček, ale v samotné pipetě, jelikož jak uvádíte v oddíle 3.1.1 Metody, pipeta vykazovala pracovní rozsah 100–1000 μl .

Dále uvádíte, že u použitých standardů nebyla deklarována čistota a nebylo ani možné říci, zda vzorky obsahovaly standardní látku. S jakou spolehlivostí je pak v takovém případě, navíc s použitím plamenově ionizačního detektoru, možné vůbec uvádět jakékoliv výsledky?

Závěr

Obsahem kapitoly *Závěr* v případě takto prakticky zaměřené práce by mělo být shrnutí získaných výsledků nebo upravených metod a nikoliv doporučení cizích publikací pro prohloubení teoretických základů použité analytické techniky.

Přílohy

Proč není uvedeno dříve (nejlépe v *Praktické části*), že 1-brompropan nebyl k dispozici a je v až do sekce *Přílohy* uváděn tak, jako kdyby se s ním skutečně pracovalo?

Příloha D: U seznamu látek by měl být uveden jejich výrobce (zejména u toluenu, ethanolu, diethyletheru).

Hodnocení práce

Práci považuji i přes výše uvedené výhrady za vyhovující a doporučuji ji k obhajobě.

V Praze dne 10. 1. 2015