

Posudek oponenta bakalářské práce

Jméno a příjmení uchazeče: Ondřej Hillmich

Název práce: Vliv interferentů při stanovení olova technikou generování hydridů ve spojení s AAS detekcí

A. Bodové hodnocení jednotlivých aspektů práce (označte právě jednu z možností)

| 1. Rozsah BP a její členění | |
|-----------------------------|--|
| x | A - přiměřené, odpovídají charakteru BP a významu jednotlivých částí |
| | B - nevyrovnané, členění není logické nebo rozsah jednotlivých částí nekorresponduje s jejich významem |
| | C - uspokojivé, rozsah některých částí nedostačuje |
| | N - nedostatečné |

| 2. Odborná správnost | |
|----------------------|---|
| | A - výborná, bez závažnějších připomínek |
| | B - velmi dobrá, s ojedinělými drobnými závadami (nejasnost výkladu, chyby ve vzorcích nebo chemických názvech, nedokonalý popis metod nebo výsledků) |
| x | C - uspokojivá, s četnějšími drobnými závadami |
| | N - nevyhovující, s hrubými chybami |

| 3. Uvedení použitých literárních a j. zdrojů | |
|--|---|
| | A - bez připomínek, všechny převzaté údaje s citací zdroje, celkový počet citací odpovídá charakteru práce |
| x | B - uspokojivé, s občasnými neobratnostmi zejm. v umístění odkazů, nebo s celkově nižším počtem citací |
| | C - s vážnějšími závadami, např. převažují "nestandardní" odkazy na učebnice, přednášky, webové stránky, nebo se ojediněle vyskytuje opominutí odkazu na zdroj převzatých dat |
| | N - nevyhovující, velmi málo citací, ev. rysy plagiátu (časté opomíjení odkazu na zdroj převzatých dat, popř. opsání velkých částí textu) |

| 4. Jazyk práce | |
|----------------|---|
| | A - výborný, práce je napsána čtivě a srozumitelně, bez závažnějších gramatických n. pravopisných chyb |
| | B - velmi dobrý, ojedinělé stylistické neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby |
| x | C - uspokojivý, četnější slohové neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby, ojediněle se vyskytují obtížně srozumitelné n. nejednoznačné formulace |
| | N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami |

| 5. Formální a grafická úroveň práce | |
|-------------------------------------|--|
| | A - výborná, bez překlepů a chyb ve formátování |
| x | B - velmi dobrá, ojedinělé chyby formátu citací, překlepy, chybějící zkratky apod. |
| | C - uspokojivá, s ojedinělými většími (např. vynechání stránky) nebo četnějšími drobnými chybami |
| | N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami |

Případný slovní komentář k bodům 1 až 5

Bakalářská práce pana Ondřeje Hillmicha je věnována studiu interferencí při chemickém generování hydridu olova, plumbanu, s atomizací v křemenném atomizátoru a detekcí AAS.

Práce svým rozsahem i úrovní odpovídá požadavkům kladeným na bakalářskou práci. Množství odvedené experimentální práce je nadprůměrné.

Práce je členěna do pěti základních kapitol. V úvodní části je definován cíl práce, kterým byla kromě měření již zmíněných interferencí na generování plumbanu i základní optimalizace experimentálních podmínek. Teoretická část působí přehledně s dobrým členěním. Na jejím začátku je pojednáno o samotném olovu a důležitosti jeho analytického stanovení. Další část je již věnována metodě AAS a metodě generování hydridů. Samostatná kapitola se zabývá i interferencemi, které se v této metodě vyskytují, a zmiňuje významné práce, ve kterých se autoři touto problematikou zabývali.

V experimentální části je popsána instrumentace, použitý generátor hydridů v uspořádání FIA a také způsob měření a vyhodnocení interferencí. Výsledková část a diskuse je rozdělena do dvou částí. První část se zabývá optimalizací metody chemického generování plumbanu. Mezi zkoumané parametry patřila koncentrace tetrahydridoboritanu sodného, kyseliny chlorovodíkové, koncentrace hexakvanoželezitanu draselného, jehož přítomnost byla v odborných člancích popsána jako nezbytná pro účinné generování plumbanu, dále teplota atomizátoru, velikost dávkovací cívky a průtok reagentů. Na závěr této části byla změřena kalibrační závislost a určeny základní analytické charakteristiky metody. Druhá část je věnována vlastní interferenční studii. Zkoumány jsou především kationty ostatních hydridotvorných prvků, ale také kationty přechodných kovů a některé anionty. Získané výsledky jsou průběžně diskutovány a shrnuty v závěrečné části práce.

Celkově lze práci označit za poměrně zdařilou, práce však obsahuje řadu překlepů, nepřesných či nesprávných formulací a pojmů a chyb ve skloňování. V některých úvodních pasážích textu nejsou také uvedeny odkazy na původní publikované práce, nýbrž na souhrnné články, knihy, učebnice či skripta. K práci mám následující poznámky:

Poznámky:

1. V seznamu použitých zkratk na str. 7 je chybně použitý výraz *indukčně vázaná plazma*. Vlastní slovo plazma, v tomto významu jako částečně ionizovaný plyn, je rodu středního. Správně by tedy mělo být *indukčně vázané plazma*. Zkratky HG-AES a HG-AFS by měly být zřejmě vysvětleny jako *generování hydridů s detekcí atomovou emisní, resp. fluorescenční, spektrometrií*.
2. V seznamu použitých zkratk na str. 7 je dále uvedena jednotka $\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$ pro koncentraci kyseliny chlorovodíkové, která je dále používána i v textu. V popisících k jednotlivým obrázkům se však vyskytuje jednotka $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$.
3. V kapitole 1 na str. 8 je uvedeno, že metodou chemického generování těkavých sloučenin lze *stanovit přibližně 60 prvků periodické soustavy*. Dále je v kapitole 2.2 na str. 12 uvedeno, že *metodu AAS lze použít pro stanovení více než 60 prvků periodické tabulky*. Znamená to tedy, že většina prvků, které lze stanovit pomocí AAS, lze zároveň chemickou reakcí převést na těkavou sloučeninu?
4. V kapitole 1 chybí v druhé části třetí věty sloveso: *Největší výhodou by ovšem mělo být, že při reakci vzorku s pracovními roztoky a následném převedení analytu na těkavou sloučeninu, oddělení matrice vzorku a tím pádem zbavení se případných interferencí*.
5. Kapitola 1.1, poslední věta na str. 8: použité spojení slov, *interferenční prvek*, není vhodné, spíše by zde mělo být *interferující prvek*.
6. Kapitola 2.1.1, str. 9: *cerusit*.

7. Kapitola 2.1.1, str. 10:*výfukových plynných a aplikace čistírenských kalů?*
8. Kapitola 2.1.4, str. 11: zkratka EDTA je použita dříve, než je definována (o dva řádky níže), zároveň není tato zkratka stejně jako další uvedena v seznamu použitých zkratek.
9. V kapitole 2.2.1 na str. 13 chybí odkazy na původní práce A. Walshe a W. Holaka.
10. Kapitola 2.2.3, str. 15: $(NH_4)_2S_2O_8$.
11. V kapitole 2.2.3 na str. 16 je např. používán pro $K_3[Fe(CN)_6]$ výraz *ferrikyanid* a dále v textu je používán správně výraz hexakynoželezitan draselný. Také je ve stejné kapitole místo správného vzorce $K_3[Fe(CN)_6]$ používán vzorec bez hranatých závorek. Zkratka THB není v seznamu zkratek, ani není dále používána.
12. V kapitole 2.2.3 na str. 16 je v posledním odstavci špatně umístěn odkaz (citace 14), který se nevztahuje k práci italských kolegů A. D'Ulivo a kol. (nikoli *D'ulivo*). Citace 14 by pravděpodobně měla být umístěna výše.
13. Překlepy v kapitole 2.3.1, str. 17: např. *tetrahydridoboratu, Cd²⁺, Zr⁴⁺*, atd.
14. Pozor na nejednotnost v uvádění mocenství: někdy je použito *III*, někdy $2+$ či 2^+ .
15. Kapitola 3.2, str. 20: chybně *Cole-Palmer*, správně *Cole-Parmer*?
16. V kapitole 3.3 na str. 20 by bylo lepší namísto spojení *jako nosný tok byla připravena ...* užívat*nosič obsahoval....* Dále je zde zaveden termín *mobilní fáze*, což může čtenáře zbytečně mást.
17. V experimentální části je sice velmi podrobně popsán postup při přípravě roztoků, na druhou stranu chybí některé detailní údaje o použitém generátoru hydridů. Tento generátor není s největší pravděpodobností komerčně dostupný, proto by stálo za úvahu popsat více jednotlivé komponenty, například typ a objem separátoru fází, použité hadičky (materiál a průměr), velikost a vnitřní průměr reakční smyčky, resp. cívky.
18. V popisku k obr. 3.1 na str. 22 chybí vysvětlení komponenty č. 13. Místo použitého výrazu *peristaltická pumpa* by se v českém textu více hodilo *peristaltické čerpadlo*.
19. V kapitole 3.6 na str. 23 je velmi zmateně a chybně vysvětlen medián. Dále není zcela jasné, jak byly počítány LOD a LOQ a "směrodatná odchylka šumu základní line". Nebylo by lepší pro vyhodnocení LOD a LOQ používat směrodatnou odchylku slepého pokusu měření?
20. V popisku k obr. 4.3 na str. 26 je uvedeno, že byla optimalizována koncentrace tetrahydridoboritanu draselného. V textu se nicméně všude píše o tetrahydridoboritanu sodném.
21. V obr. 4.7 na str. 30 by bylo vhodnější pro srovnání měřených signálů FIA v závislosti na objemu dávkovací smyčky použít stejné měřítko.
22. V tab. 4.1 na str. 31 by bylo vhodnější místo *teplota* použít *teplota atomizátoru*.
23. V obr. 4.8 na str. 31 chybí chybové úsečky pro jednotlivé body kalibrační závislosti. V popisku k tomuto obrázku je zřejmě chybně uvedeno, že měření bylo provedeno s koncentrací olova $50 \mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$.
24. V tab. 4.2 na str. 32 je uvedena mez detekce (3σ) a zároveň mez stanovitelnosti také 3σ .
25. V kapitole 4.2.1 na str. 32 stojí: ... *mez stanovitelnosti byla vypočítána jakožto desetinásobek a mez detekce jako trojnásobek směrodatné odchylky desetkrát opakovaného měření s určitou koncentrací vydělená směrnici vygenerovanou z kalibrační závislosti*. Jaká ale byla ta koncentrace vzorku použitá pro tato měření? Nebylo by vhodnější použít měření slepého pokusu, jak již bylo zmíněno výše?
26. Kapitoly 4.3.5 a 4.3.6, str. 36 a 37: v popisu interference Bi na generování plumbanu není v textu odkázáno na obr. 4.13. Na obr. 4.13: *Vliv bismutu na chemické generování hydridu olova* je chybně odkázáno až z kapitoly 4.3.6, která se však věnuje interferencím Ni.
27. Proč není kapitola 4.3.8 na str. 38, zabývající se interferencemi Te, umístěna společně s ostatními hydridotvornými prvky, ale je nelogicky vřazena mezi přechodné kovy Cu a Ni?
28. V seznamu literatury na str. 43-45 jsou někdy použité zkrácené názvy časopisů, někdy celé a někdy něco mezi tím. Např. Vámi uvedený časopis *Spectrochimica Acta Part B* se celým názvem jmenuje *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* a ve zkrácené podobě by mělo být *Spectrochim. Acta Part B*.
29. V citaci 21 došlo na str. 44 ke zkomolení jmen brazilských autorů. Patrně byla jména

zkopírována i s horními indexy, které v článku odkazují na pracoviště jednotlivých autorů.

B. Obhajoba

Dotazy k obhajobě

V práci chybí zmínka o tom, jak byly analytické signály měřené pomocí dávkování do proudu (FIA) vyhodnoceny. Z uvedených grafů lze odvodit, že k vyhodnocení byla použita výška píku. Vysvětlete jak byla případně tato výška píku odečítána.

Vysvětlete, proč nebyla optimalizace koncentrace kyseliny chlorovodíkové provedena do nižších koncentrací než $0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$? Z uvedené závislosti na obr. 4.4 je patrné, že optimum leží právě v této oblasti, což je známé i z dosud publikovaných prací.

Vysvětlete lépe jak byla provedena optimalizace průtokové rychlosti pracovních roztoků, viz str. 28. Byl vždy udržován stejný poměr mezi HCl a NaBH_4 , tedy 3:1? Byla také průtoková rychlost roztoku $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ stejná jako pro NaBH_4 ?

Jak si vysvětlíte zmíněnou interferenci Na^+ při nízkých koncentracích, když vezmete v úvahu „obrovskou“ koncentraci Na v samotném roztoku NaBH_4 (3 %) v 0,4% roztoku NaOH, který je použit pro generování?

Stanovisko k opravě chyb v práci:

opravný lístek/oprava v textu **NENÍ** podmínkou přijetí práce

C. Celkový návrh

Práci doporučuji k přijetí k dalšímu řízení: **ANO**

Navrhovaná celková klasifikace: 2

Datum vypracování posudku: 3.6.2015

Jméno a příjmení, podpis oponenta : RNDr. Stanislav Musil, Ph.D.