

Posudek oponenta na diplomovou práci

Autor diplomové práce: **Bc. Jakub Šoukal**

Název diplomové práce: **Fotochemické generování těkavých specií niklu pro metody analytické atomové spektrometrie**

Studijní obor: Analytická chemie

Označte křížkem (D je nejhorší A je nejlepší)	D	C	B	A
Úroveň definování cílů práce a kvalita jejich splnění <ul style="list-style-type: none"> ▪ jsou cíle práce jasně formulované a jsou dosažené výsledky vytčeným cílům odpovídající 				X
Originalita práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ přináší původní vědecké výsledky; rozšiřuje současná řešení problému; je variantou známých přístupů; opakuje známá řešení 				X
Přínos práce pro analytickou chemii <ul style="list-style-type: none"> ▪ přináší zcela novou metodiku; výrazně vylepšuje dosavadní analytické postupy; je určitou variantou používaných analytických postupů; využívá standardních analytických metodik a postupů pro řešení problémů z jiných oborů 			X	
Forma členění práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ vhodnost členění na kapitoly, vyváženost rozsahu jednotlivých kapitol, přiměřenost počtu obrázků a tabulek 				X
Zpracování úvodu k řešení problematice <ul style="list-style-type: none"> ▪ informační bohatost úvodních kapitol, relevantnost a úplnost citované literatury 				X
Zpracování experimentální části práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ kvalita a úplnost popisu použitých materiálů a metodik 				X
Zpracování výsledků práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ způsob zpracování experimentálních výsledků, jejich logické uspořádání a vysvětlení, kvalita dokumentace presentovaných závěrů 			X	
Jazyk a stylistická úroveň práce				
Formální provedení práce <ul style="list-style-type: none"> ▪ tiskové chyby, forma provedení obrazové a tabulkové dokumentace, dodržování konvencí psaní symbolů veličin, jednotek atp. 			X	
Celkové zhodnocení práce, A–D <ul style="list-style-type: none"> ▪ mělo by akcentovat obecně přístup studenta k řešení a zpracování zadané problematiky 			X	

Předkládaná práce Bc. Jakuba Šoukala splňuje svým členěním a rozsahem (74 stran, 53 citací) požadavky kladené na diplomovou práci na PřF UK. Práce se detailně zabývá optimalizací konstrukce aparatury (fotochemický generátor, separátor fází) i experimentálních podmínek pro fotochemické generování těkavých specií niklu s následnou atomizací v difúzním plameni a detekcí atomovou absorpční spektrometrií. Pro srovnávací účely byl v některých experimentech využit ještě vyhřívaný křemenný atomizátor a v rámci studie kvantifikující účinnost fotochemického generování těkavých specií Ni byla využita technika ICP-MS. Ačkoli je fotochemické generování těkavých specií Ni v literatuře relativně dobře popsáno, což autor také v literární rešerši dokládá, přináší předkládaná práce řadu nových poznatků a lze ji považovat za originální.

Po stránce jazykové, stylistické a formální obsahuje práce větší množství prohřešků (překlepy, stylistické neobratnosti), výrazně by jí prospělo ještě jedno důkladné přečtení autorem. Autor adresuje poděkování konzultantovi své práce za možnost vypracovat svou bakalářskou práci na AVČR, patrně je míněna práce

diplomová. Seznam zkratk nadbytečně obsahuje notoricky známé jednotky (mg, mA, mm, cm, s, atd.), naopak neobsahuje zkratky pro vnitřní a vnější průměr (i.d., o.d.), které jsou v textu práce hojně využity. Strana 10 práce je prázdná. Na str. 14 má být správně sloveso „vyplývající“ místo použitého „vyplívající“. Konstatování na str. 17, že díky svým výhodám **projde fotochemické generování výrazným progresem** by bylo možné naformulovat lépe a česky.

Dále práce obsahuje řadu překlepů, např.:

Str. 4, abstrakt – Propustnost záření do vzorku v tomto generátoru byla la daleko účinnější

Str. 19, kap. 3.5 - ...je vhodnou a citlivější alternativou k rozšířenějším **konvekčním** zmlžovačům. Patrně bylo míněno konvenčním.

Str. 26, kap. 3.7.3 – V současné době je online atomizace v grafitové kyvetě používána jen výjimečně.

Str. 26, kap. 3.7.4 – Výhody DBD je jednoduchost metody a možnost účinné atomizace při nízkých teplotách atomizátoru. Správně by mělo být: Výhodami DBD jsou.....

Str. 30, kap. 4.3.2 - Experimentální uspořádání generátoru vycházelo z práce Guo a kol.

Str. 44, kap. 5.1.5 – První pokusy s EHQA **zahřátého** na teplotu 900 °C... Správně má být s EHQA zahřátým....

Str. 45, kap. 5.1.6 – Bylo předpokládáno, že pokles signálu je zapříčiněn parami HCOOH uvolňujícími se z reakčního media a ovlivňujícími mi atomizaci v DF.

Str. 56, kap. 5.4 - Podle práce Zhenga a kol. byla velikost interferencí závislá jak na přítomnosti H⁺ iontů, tak NO₃⁻ a Cl⁻ aniontů. Chybí čárka ve větě.

Str. 61, kap. 5.6.2.1 – Na obr. 5.20 jsou znázorněny kalibračních křivky.... Správně má být kalibrační...

Po stránce odborné lze konstatovat, že byla provedena velká řada experimentů, z nichž byly vždy vyvozeny relevantní závěry, v některých případech by mohla být diskuse dosažených výsledků podrobnější. Osobně se domnívám, že nebylo třeba provádět všechny prezentované experimenty, zejména podrobné optimalizace pro všechny kombinace fotochemického generátoru a separátoru fází. Vhodnou konstrukci obou částí aparatury bylo možné vybrat z menšího množství provedených pilotních experimentů, ušetřený čas pak věnovat jiným (možná zajímavějším) experimentům, např. měřením s kryogenní pastí či experimentům věnovaným měření propustnosti materiálů fotochemických generátorů pro UV záření použitých výbojek. Na druhou stranu je nutné přiznat autorovi, že se mu podařilo provedené experimenty v předkládané práci prezentovat přehledně a v logické sekvenci. Jedinou závažnější výtkou k odborné stránce práce je fakt, že objem vnitřního kanálu fotochemického generátoru B uváděný autorem v kapitole 4.2 na str. 29 (0,72 cm³) je patrně chybně a nekoresponduje s parametry uváděnými v kapitole 4.3.2 na str. 31 (délka 1,019 m, i.d. 0,3 mm). **Podle uvedených parametrů by vnitřní objem fotochemického generátoru B měl být o řád menší než autor uvádí a činit 0,072 cm³.**

Když už autor v kapitole 3.1 uvádí použití niklu v historických souvislostech, měl by informace z literárních pramenů uvádět přesně. Jsem si jistý, že označení „Kupfernicker“, jehož vznik autor přisuzuje starověkým čínským horníkům před 2000 lety, pochází až z pozdější doby a je přisuzováno německým středověkým horníkům. Název jasně pochází z němčiny a souvisí i s germánskou mytologií.

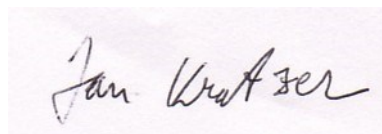
K předložené diplomové práci mám následující připomínky a dotazy:

- 1) V literárním úvodu na str. 17 autor uvádí, že fotochemické generování těkavých specií by se mohlo využívat pro detoxikaci a sanaci znečištěných ploch životního prostředí. Jak konkrétně by toto šlo realizovat a v jak velkém měřítku? Dokáží si představit využití tohoto přístupu například při čištění odpadních vod, ale šlo by jej použít třeba pro čištění zeminy?
- 2) V práci byly provedeny pilotní experimenty týkající se možnosti prekoncentrace vygenerovaných těkavých specií Ni v kryogenní pastí (kap. 5.5). Máte nějakou představu s jakou účinností prekoncentrace probíhá?

- 3) V rámci obhajoby by bylo vhodné pro ilustraci přehledně ukázat dosahované detekční limity pro stanovení niklu různými analytickými metodami, které autor v práci zmiňuje. Jedná se o FAAS, ETA-AAS, ICP-MS, ICP-OES a rozpouštěcí voltometrii jako rutinně používané metody a dále o metody využívající P-VSG, které autor cituje. Jsem si vědom toho, že takové srovnání může být někdy zavádějící, zejména pokud autoři ve svých pracích neuvedou důsledně všechny potřebné experimentální podmínky. Přesto se domnívám, že by takovéto srovnání mohlo být užitečné.
- 4) Autor se dle mého názoru dostává sám se sebou do sporu, když na str. 11 tvrdí, že oproti chemickému generování může být metoda P-VSG použita i pro stanovení přechodných kovů, jakými jsou Ni, Fe a Co. Na str. 14 však autor konstatuje, že chemické VSG lze použít, byť s nižší účinností generování, pro generování těžkých specií přechodných kovů Au, Ag, Cu, Cd, Ni, Co, Zn. Prosím o vysvětlení.

Nejvíce na práci oceňuji: i) komplexní přístup k řešené problematice, ii) důkladnou optimalizaci konstrukce aparatury a iii) provedené stanovení účinnosti generování těžkých specií Ni.

Předloženou diplomovou práci **doporučuji** k dalšímu řízení a navrhuji celkové hodnocení **A**.



V Praze, dne 24.5. 2017

RNDr. Jan Kratzer, Ph.D.