

Posudek oponenta doktorské disertační práce

Autor: Ing. Petr Parma
Název: Studium migrace modifikovaných nanočástic na bázi elementárního železa
Instituce: Technická univerzita v Liberci, Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií
Studijní program: P3901 Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: 3901V055 Aplikované vědy v inženýrství

Oponent: doc. RNDr. Josef Zeman, CSc.
Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, Ústav geologických věd
Kotlářská 2, 611 37 Brno
e-mail: jzeman@sci.muni.cz, tel.: 549 498 295

Předkládaná doktorská disertační práce „Studium migrace modifikovaných nanočástic na bázi elementárního železa“ má rozsah 140 stran. Do textu je zařazeno 52 obrázků a 8 tabulek. Pro vypracování práce použil doktorand 57 literárních pramenů. Práce obsahuje v příloze tabulku parametrů jednotlivých experimentů a 54 grafů s migračními křivkami jednotlivých experimentů.

Doktorská disertační práce má výrazně aplikační charakter a je zaměřena na problematiku spolehlivého stanovení koncentrací nanočástic nulmocného železa v laboratorních experimentech i při terénním užití nZVI pro sanaci anorganických a organických kontaminantů.

Z obsahového hlediska je práce rozdělena na čtyři hlavní kapitoly. V kapitole „Teoretická část“ podává disertant vyčerpávající přehled základních údajů o základních vlastnostech nanočástic nulmocného železa, jejich využití při chemických sanacích, dosavadních metodách laboratorního studia, možnostech detekce nZVI, faktorech, které ovlivňují jejich migraci a jejich teoretickým popisem. Ve druhé kapitole „Princip a konstrukce zařízení“ uvádí autor teoretická východiska pro konstrukci nového zařízení detekce nanočástic nulmocného železa, které je založeno na měření změny magnetické susceptibility. V rámci této kapitoly také uvádí teoretické porovnání parametrů s přístrojem, který je používán pro detekci nZVI na pracovišti VEGAS na Univerzitě Stuttgart.

Třetí kapitola „Experimentální část“ podrobně popisuje postup konstrukce a postupné prověřování jednotlivých parametrů nově navrženého a zkonstruovaného zařízení od prověřování jednotlivých konstrukčních detailů přes řešení problémů s experimentálním uspořádáním jednotlivých prvků až po kvantitativní prověřování vlivů vnějších faktorů prostředí na výsledky měření.

Ve čtvrté hlavní kapitole jsou uváděny výsledky vlastního testování zkonstruovaného zařízení. Byla prověřována a testována opakovatelnost experimentů, kvantifikován vliv teploty, koncentrace a rychlosti dávkování suspenze nZVI, vliv matrice a stárnutí nanočástic i vliv povrchově aktivních látek. Další část je věnována vlastnímu měření průběhu migrace, zjišťování tlaku a problematice převodu měřeného signálu na koncentrace nZVI ve sledovaných substrátech. V poslední podkapitole byla prověřena

na možnost měření koncentrací nZVI na vzorcích vrtných jader z oblasti sanačních zásahů v reálném horninovém prostředí.

Práce je logicky členěna, je čtivá a srozumitelná, dosažené výsledky jsou dobře dokumentovány na kvalitních grafech a v tabulkách. Po formální stránce je zpracována poměrně pečlivě, přesto v některých částech obsahuje překlepy a prohřešky proti typografickým pravidlům, místy chybí mezerky. Některé překlepy jsou až humorné, například místo „konvekce“ je uvedena „konvence“, místo „prostředí“ je uvedeno „prostření“ atd.

K práci mám následující připomínky:

- podle názvu práce jsem na první pohled očekával něco poněkud jiného, než práce ve skutečnosti obsahuje; výstižnější titul by mohl například znít „Nová metoda stanovení koncentrací nZVI a její využití při sledování migrace nanočástic“ nebo tak nějak podobně
- na dvou místech práce je zmiňována spolupráce se specialistou Ing. Miloslavem Mrazíkem, není však podrobněji vymezen jeho podíl (stručně je uvedeno, že zařízení navrhl a vyrobil); slušelo by se uvést podrobněji, i když nepřímo z kontextu provedených prací si to může čtenář dovodit.

K doktorandovi mám následující otázky:

- jak chápe doktorand rozdíl mezi difúzí a Brownovým pohybem (vliv zmiňován na str. 17)
- které složky horninového prostředí mohou při měření interferovat s nZVI a v případě, že k interferenci může docházet, dají se tyto složky nějak od nZVI odlišit?

Souhrnné hodnocení

Autor prokázal hlubokou znalost řešené problematiky od teoretických základů až po praktické provedení. Chování nZVI je „zatížené“ širokou škálou srovnatelně působících vlivů. V této souvislosti vysoce oceňuji zejména pečlivost, s jakou doktorand prověřoval jejich charakter a vliv. Práce je významným příspěvkem ke studiu chování nZVI v laboratorních podmínkách i při jejich nasazení v horninovém prostředí. Poskytuje dalším badatelům velmi užitečný nástroj pro studium chování nZVI za nejrůznějších podmínek.

Závěr

Podle mého názoru doktorand jednoznačně prokázal, že je schopen samostatné vědecké práce a je schopen dosažené výsledky přesvědčivým způsobem zpracovat a prezentovat. Předkládaná disertační práce zcela jistě splňuje požadavky na tyto práce kladené zákonem. Práci doporučuji k obhajobě před stanovenou komisí a po úspěšném obhájení doporučuji udělení titulu Ph.D.

V Brně 29. 5. 2018



Doc. RNDr. Josef Zeman, CSc.

Posudek disertační práce

Název: **Studium migrace modifikovaných nanočástic na bázi elementárního železa**

Autor: **Ing. Petr Parma**

Pracoviště: NTI FM TUL

Obor: Aplikované vědy v inženýrství

Oponent: **doc. Ing. Milan Hokr, Ph.D.**

Zhodnocení významu práce pro obor

Práci považuji za úspěšný příklad mezioborového výzkumu. Jasně vychází z potřeb a otevřených otázek dosavadního výzkumu v kontextu aplikace nanoželeza jako sanačního činidla a vyjmenovaných nedostatků detekčních metod.

Představená metoda měření přináší pro potřeby experimentálního pozorování migrace zásadní vylepšení. Cenné dále je, že nejde jen o demonstraci a ověření fyzikálního principu, ale že jsou dotaženy mnohé netriviální technické detaily. Samotné vyhodnocení vlivu různých vlastností na migraci má dopad pro obor méně výrazný, v některých případech je spíše demonstrací užitečnosti metody měření, dobré ale je, že se práce snaží o postižení co nejvíce možných vlivů. Vyhodnocení někde zůstává u konstatování shody s očekáváním nebo jinými pracemi a nevyplývá z nich změna uvažování o aplikovatelnosti apod., někde naopak jde o hodnocení nově použitých látek (forem nanoželeza) a závěry v podobě doporučení pro praxi.

Vyjádření k postupu řešení, metodám, splnění cíle

Použité postupy hodnotím jako adekvátní, autor je pečlivý v organizaci a dokumentaci práce, je těžké takové množství testů za velmi variabilních podmínek popsat, pomáhá souhrnná tabulka v příloze.

V případě aparatury pro měření šlo o velmi komplexní problém, zahrnující teoretické studium elektromagnetického pole, počítačové zpracování a řízení, i mnohé inženýrské problémy konstrukce a provozu. To, že celý úkol neřešil sám, ale našel si konzultanty odborníky na specifické oblasti, není na závadu, rozsah vlastních přínosů je i tak dostačující a dokládá to autorovu dobrou schopnost i organizace výzkumu. Připomínku ale mám k tomu, jakým způsobem jsou příspěvky jiných v práci uvedeny, komentuji níže.

Autor se velmi pečlivě snaží zhodnotit, případně eliminovat, všechny rušivé vlivy na měření. Detailně se zabývá výpočtem chyb měření.

Z mého pohledu nepřehledně je prezentováno téma kalibrace, resp. vztahu frekvenčního signálu a koncentrace – rozděleno mezi více hlavních kapitol. Na jednu stranu je samostatná kapitola o vývoji aparatury a následně kalibrace má jednu sekci v kapitolách 3 i 4, zabývajících se také provedením a vyhodnocením chování migrace. Není rovněž jasné, v jakém pořadí byly provedeny experimenty a

vyhodnocení výsledků – na jednu stranu má autor jako výsledek přepočtení změny frekvence na koncentraci, ale všechna vyhodnocení vlivu vlastností železa na migraci mají výstup v surové formě změny frekvence.

Ve vyhodnocení migrace mi připadá zavádějící nulová hodnota na levé straně všech grafů, což je zřejmě artefakt kraje kolony (v technické části je podrobně rozebíráno) – ale v případě kontinuálního dávkování by měla koncentrace začínat na maximální a pak klesat (konkrétně v dotazech). Tedy by bylo názornější prezentovat jen tu část křivky, která zachycuje relevantní data.

Téma měření vrtných jader se zdá mít podobu spíše doplňku práce, nevyplyvají jiné závěry než použitelnost metody měření, z toho pohledu je zbytečně rozptýleno do krátkých poznámek v 2.4 a 3.9.

Stanovisko k výsledkům a významu přínosu autora práce

Komentář je v zásadě shodný s prvním odstavcem, resp. může ho konkretizovat. Výsledek v podobě vyvinuté aparatury zahrnuje jak detailní studium teoretických principů (s deklarovanou pomocí konzultanta), tak systematické vyladění mnoha technických detailů. Přepočtení z frekvence na koncentraci pomocí diskrétní dekonvoluce dále směřuje k zpřesnění a realističnosti výsledných hodnot. Není úplně jasné, nakolik je výpočetní metoda v rámci práce otestována – uvedeny jsou jen demonstrační příklady a na většinu prezentovaných dat není aplikováno. Číselné hodnoty jsou prezentovány bez návaznosti (komentář níže). Chyběl mi nějaký příklad konkrétního netriviálního rozložení železa v koloně s porovnáním surového signálu a koncentrace po dekonvoluci.

Zajímavým nápadem a technicky dotaženým výsledkem je tzv. kaskádová kolona, simulující pohyb vody v radiálním poli kolem vrtu jako častý reálný případ. Proti citovanému provedení na pracovišti VEGAS přináší mnohá zásadní vylepšení. Opět doktorand uvažuje v mnoha kontextech do detailů jako výběr úseků pro získání reprezentativních rychlostí.

Hodnocení chování nanoželeza směřuje k problematice aplikace v rámci sanačních zásahů. Vhodně se soustředí na hledání nebo ověření postupů úprav za účelem potřebného chování nebo efektivity (např. povrchově aktivní látky).

Další vyjádření (formální úprava apod.)

Připomínky mám k pasážím teoretické analýzy elektromagnetického pole kolem detekčních cívek. Jde fakticky o citaci, ale komplikovanou tím, že citovaná práce vznikla na popud doktoranda, nebyla jinde publikována, je zásadní pro zbytek práce a je poměrně rozsáhlá, ale přitom nejde o doktorandovy vlastní výsledky. Považoval bych za vhodnější uvést ji formou přílohy, neboť ve stávající formě (několika stran a podkapitol po předchozím krátkém uvození) se již ztrácím v tom, co je ještě pokračování „citace“ (vložené převzaté práce) a co již vlastní část doktoranda. Naopak je nutné ocenit organizačně-tvůrčí schopnost, že doktorand dokázal vydefinovat návazné téma nad rámec své odbornosti, které mu pomohlo dát pevnější základ a efektivitu vlastnímu výzkumnému směru a výsledkům.

Vložení převzaté práce s sebou nese další problémy: nejednotnost značení, hodnocení chyb (byly by to relevantní připomínky k disertaci, nebo k původnímu autorovi?). Např. vztah (60) je zřejmě chybně.

První kapitola podává přehled aktuálního stavu výzkumu, jak se od vědecké práce očekává, ale zároveň střídá části zaměřené více na aktuální stav a části obecné teorie fyzikálních a chemických dějů. V části 1.9E však reference chybí, přestože jsou zásadní, protože dále v práci je vlastní řešení porovnáváno s jiným právě na tomto fyzikálním principu a odkazy jsou rozptýleny v jiných částech práce (na aparaturu a metodu detekce používanou na pracovišti VEGAS).

Překlepy nebo typografické vady jsou v přijatelné míře, je vyznačeno ve výtisku poskytnutém autorovi (spolu s místy dále uvedených komentářů a jim podobných případů).

Vyjádření k publikacím doktoranda

Autor má za dobu doktorského studia (seznam v autoreferátu 2012-2017) rozsáhlou publikační činnost rozmanitého typu, převažují indexované sborníky a aplikované výsledky, předpokládám, že uvedený článek ve stavu „odesláno“ je do impaktovaného časopisu, dále jsou dvě kapitoly v monografii. Téma měřicí aparatury je zastoupeno v menší míře a věřím, že má rovněž potenciál ke zpracování do hodnotné publikace.

Shrnutí

Předložená práce obsahuje významné výsledky a přínosy pro obor. Nedostatky ve způsobu zpracování jsou spíše formálního charakteru a nesnižují úroveň výsledků.

Doporučuji disertační práci k obhajobě.

Dotazy k diskusi u obhajoby:

Byl by možný a vhodný pojem „zdánlivá koncentrace“ pro hodnotu v mg/ml získanou jen převodem z výšky píku, bez použití dekonvoluce? (podobně se označují hodnoty před provedením inverze u geofyzikální tomografie)

Zajímalo by mě, zda použitím kalibrace na „plochu píku“ bychom získali jinou nebo stejnou hodnotu koncentrace ze stejného signálu? (vztah (86) versus data tab.5)

Je možné použít data z měření pro vyhodnocení bilance železa v experimentu? (vstup-výstup-akumulace)

Jak rozumět počátečnímu prudkému nárůstu většiny grafů rozložení železa v koloně z nuly na pík – dá se říci, jaká úroveň by odpovídala koncentraci ve vtláčené suspenzi bez dalších efektů, kdy a proč graf nezačíná v této hodnotě? Znamená nižší hodnota vlevo artefakt měření nebo to, že až „o kus dál“ se např. železo imobilizuje a to je ve větším množství detekováno?

Jednotlivé poznámky (příloha)

Sekce 1.10. má nevhodný název nebo je třeba sekci rozdělit - jmenuje se „faktory ovlivňující ...“, ty ale jsou vyjmenovávány v rámci podkapitol uváděny až o 5 stran dále, mezitím jsou různé teoretické popisy (rovnice) migrace

V rámci rovnic v 1.10. je nejednotné značení. To se dá podmíněčně akceptovat, neboť každá je z jiného literárního zdroje (zřejmě v původní formě) v trochu jiné souvislosti. Ale autor není systematický v tom, které veličiny představuje jen jednou a které opakovaně a nijak neupozorňuje na to, kdy jde o stejný význam a kdy o jiný. Někdy je pak opakovaně zavedena tatáž značka/veličina, jindy naopak uvedení chybí.

Na str. 25 je nejasné slučování mechanického zachycení a chemické sorpce.

V rámci jiného textu jsou občas vloženy odstavce s konstatováním, které nelze odlišit buď jako výchozí stav poznání (ale bez citace) nebo jako vlastní výsledek v práci - př.:

Str. 28 Zmíněn model s Langmuirovou izotermou korespondující s experimentální kolonou

str.29 Zmíněno minimum účinnosti filtrace, ale vztah (28) na první pohled definuje monotónní průběh. Je to pozorování výsledek práce? Jaká proměnná do chování vstupuje, koresponduje-li se vztahem (28)?

Úvod k 2.1. je formulován matoucím způsobem, nevyjadřuje dobře roli doktoranda ve volbě metod a vzniku myšlenek.

Na obr. 33 (resp. celkově v rámci sekce 4.4) nerozumím, zda jsou profily ve stejných časech nebo v časech injektáže stejného množství železa (tj. u 10x rychlejšího 10x kratší) -

V textu jsou opakující se pasáže (napříč kapitolami 2 a 3), nebo stejné rovnice v kapitole 2.

Chybělo mi uvedení konkrétního výpočtu nebo odkazů pro získání faktoru ve vztahu (86). Sám jsem si nakonec výpočtem ověřil, že vyjde z dat v obr. 20 resp. tab. 5.

Liberec, 21.6.2018


M. Hokr