

POKYNY K VYPRACOVÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Struktura diplomové práce

Titulní list

Titulní list obsahuje název školy, fakulty, ústavu, označení „Diplomová práce“, název diplomové práce, jméno a příjmení, prohlášení a podpis diplomanta/diplomantky. (Vzor je uveden v příloze).

SOUHRN

Souhrn (česky i anglicky) ukazuje, jaký problém byl řešen, jakým způsobem a s jakými výsledky. Jednoznačně informuje o tématu tak, aby byl srozumitelný nikoliv pouze specialistům v daném oboru. (Vzor je uveden v příloze). Nad souhrny jsou uvedeny názvy práce v češtině a angličtině.

PODĚKOVÁNÍ

Podle uvážení autora je na třetím listě diplomové práce **PODĚKOVÁNÍ**, které ukazuje, kdo mu poskytl podněty, odbornou pomoc, počítačové programy, vzorky látek. Není vhodné uvádět poděkování za služby specializovaných a servisních laboratoří. Informace o podílu práce externích laboratoří patří do Experimentální části.

OBSAH

Obsah uvádí názvy kapitol a podkapitol a čísla stránek, na kterých kapitoly začínají. Jsou zde rovněž uvedeny přílohy práce. V obsahu jsou jednotlivé kapitoly označeny desetinným tříděním, max. dvoustupňově (tj. 3.1.1, nikoli 3.1.1.1).

1. ÚVOD

Úvod má stručně vymezit cíl práce, charakterizovat stav současného poznání v problematice, přístup k řešení problému. V úvodu by měla být dána přednost citacím souborných zpracování tématu (pokud jsou k dispozici), základním a nejnovějším pracím. Nadbytek citací či snaha o vyčerpávající seznam publikovaných prací je nežádoucí.

2. LITERÁRNÍ ČÁST

Následuje **LITERÁRNÍ ČÁST**, podle zaměření práce může být nazvána také **TEORETICKÁ ČÁST** nebo **TECHNOLOGICKÁ ČÁST**. Tato část obsahuje literární rešerši, která se bezprostředně týká daného tématu. Zásadou při vypracování je postup od obecnějšího ke speciálnějšímu. To znamená, že širší souvislosti se uvedou velmi stručně na začátku a postupně se téma zužuje k vlastnímu cíli práce. Tvzení se dokumentují odkazy z literatury. U prací výpočetního charakteru se uvádějí základní vztahy a rovnice matematických modelů včetně zjednodušujících předpokladů a počátečních podmínek. V závěru této kapitoly by měla být formulována „pracovní hypotéza“, obsahující výčet úkolů pro danou práci.

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST nebo **VÝPOČETNÍ ČÁST** se dělí podle potřeby na několik podkapitol. Např. v podkapitole **POUŽITÉ LÁTKY** se kromě vžitého způsobu charakterizace může uvést i hledisko bezpečnosti práce a vlivu na životní prostředí. Tato podkapitola se může dělit, např. na části **CHEMIKÁLIE**, **KATALYZÁTORY**, **ČINIDLA** a **MATERIÁLY**. Zde jsou přesně specifikovány důležité vlastnosti použitých látek (u materiálů odebraných z průmyslové výroby také podle potřeby i údaje o odběru). Pokud není syntéza látky předmětem diplomové práce, uvádí se postup její přípravy v experimentální části.

V další podkapitole **METODIKA** se podá postup práce, popíše se stručně ale výstižně způsob zpracování a přípravy pokusných vzorků a uvede se přehled všech použitých metod s přesným pracovním návodem. Návod by měl umožnit v případě potřeby kdykoliv zopakovat práci bez dalších doplňujících instrukcí. Podkapitola o metodice se dělí na části **POPIS APARATURY**, **PRACOVNÍ POSTUP** nebo **POSTUP MĚŘENÍ**, **ANALYTICKÉ METODY** A **ZPRACOVÁNÍ EXPERIMENTÁLNÍCH DAT**. U přístrojů se uvádí typ, výrobce a místo výroby; popř. způsob

kalibrace. Je též vhodné uvést spolehlivost měření. Jsou-li v práci uváděny výsledky, které byly získány na servisních pracovištích popř. v rámci kooperace, budou uvedeny v některé z podkapitol části METODIKA.

4. VÝSLEDKY A DISKUSE

Kapitola VÝSLEDKY a DISKUSE obsahuje nejprve výčet dosažených výsledků (primárních dat, případně dat odvozených výpočtem) a závěry, které lze z těchto dat vyvodit, porovnání výsledků s literárními údaji, diskuse příčin případných rozdílů či rozporů apod. Při větším rozsahu je vhodné tuto část rozčlenit na podkapitoly. Ke čtivosti přispívá i prezentace výsledků ve formě tabulek, obrázků, použití rovnic, reakčních schémat apod. Duplicita dat (např. prezentace stejných dat formou obrázku i tabulky) je nežádoucí.

Z naměřených dat se obvykle určují statistické charakteristiky. Např. průměrná hodnota je bodovým odhadem střední hodnoty. Bodový odhad však neposkytuje informaci o jeho přesnosti. Proto se doporučuje vyjádření formou intervalového odhadu, v němž leží se zvolenou pravděpodobností hledaná charakteristika základního souboru. Např. místo průměru 1,15 se uvádí interval $1,15 \pm 0,05$.

5. ZÁVĚR

V závěru jsou vyzvednuty hlavní dosažené výsledky a zejména je zdůrazněno, co nového práce přináší. Má dále vytyčít další postup prací popř. navrhnout zlepšení nebo opakování řešení některých úkolů.

6. SEZNAM SYMBOLŮ

Symbole mají být zařazeny podle abecedy (nejprve latinské, potom řecké). Za seznamem symbolů následuje seznam jejich indexů. Při použití velkých a malých písmen jako symbolů se nejprve zařazuje velké, potom malé písmeno. U fyzikálních veličin je nutné uvést jejich rozměr. Zásadně se používají SI jednotky, jiné jednotky je nutné vysvětlit, pokud jejich definice není jasná. Zkratky se doporučují zejména tehdy, jsou-li běžně používány (NMR, GCMS, IČ apod.).

7. LITERATURA

Odkazy na literaturu se číslují v pořadí, v jakém přicházejí v textu práce, a jsou uváděny formou exponentu (bez závorek) nebo číslem v závorce v příslušném místě textu (včetně tabulek a obrázků). Zkratky časopisů se používají podle Chemical Abstract Service Source Index, včetně transliterace jmen autorů, názvů knih atd. psaných jinak než latinkou (výjimky viz dále). Na minimum by měly být omezeny odkazy na nepřístupnou literaturu (interní výzkumné zprávy, firemní literaturu neperiodického charakteru), nepublikované práce, soukromá sdělení, přednášky, u nichž nebyl zveřejněn úplný text apod. Odkazy na těžko dostupné práce by měly být doplněny odkazem na Chemical Abstracts. Podobně je odkaz na referátový časopis vyžadován u jazykově obtížně dostupných prací (čínských, korejských, japonských apod.), případně i u patentů.

Autoři

Uvádějí se příjmení autorů následovaná iniciálami s tečkou; má-li jeden autor více iniciál, je vhodné tyto iniciály oddělit tzv. tvrdou mezerou (v MS Word Ctrl+Shift+mezera). Jednotliví autoři se oddělují čárkou, spojka „a“ se nepoužívá, za posledním autorem se píše dvojtečka, např.:
Horack S. M., Kurill A. J.:

Periodikum se svazky

Následuje název časopisu formou zkratk (viz Chemical Abstract Service Source Index, výjimky viz dále) a pak se bez oddělení čárkou uvede kurzívou číslo svazku, normálním písmem číslo první stránky práce a letopočet v závorce, a citace se vždy zakončuje tečkou:
Helv. Chim. Acta 73, 2263 (1990).

Periodikum bez svazků

Pokud časopis není členěn do svazků, uvádí se po názvu časopisu letopočet (kurzívou) a poté číslo první stránky práce:

Horack S. M., Kurill A. J.: Tetrahedron Lett. 1997, 27.

Práce ruských autorů

Pokud jsou citovány podle původního zdroje, přepisují se podle zásad rusko-české transliterace:

Zelinskaja V. F., Puškin R. S.: *Chim. Fiz.* 3, 1148 (1984).

Při přejímání odkazů na práce ruských autorů z jiných periodik či knih se zachovává anglická transkripce:

Zelinskaya V. F., Pushkin R. S.: *Khim. Fiz.* 3, 1148 (1984).

Článek v omezeně přístupném periodiku

Doplňuje se odkazem na Chemical Abstracts, odděleným středníkem:

Kameda N., Ando M., Igarashi R.: *Nippon Kagaku Kaishi* 6, 603 (1992); *Chem. Abstr.* 117, 89670 (1992).

Knihy

Název knihy je napsán vždy kurzívou a ukončen tečkou. Na konci citace je název vydavatele, místo a rok vydání. Pokud kniha nemá editora a cituje se jako celek, použije se této formy:

Lowestein K. A.: *Silicones. A Story of Research*. Wiley, New York 1979.

Má-li kniha editora (editory) a jde-li o citaci jednoho z příspěvků (kapitol), použije se této formy (pokud se jedná o jednotlivou konkrétní informaci/údaj, lze použít místo čísla kapitoly číslo stránky):

Guterr G., v knize: *Catalytic Hydrogenation* (Reddorf K., Bitter S., ed.), sv. II, kap. 7. Elsevier, Amsterdam 1985.

Přednášky/postery na konferencích

Vždy musí být uveden plný název konference (kongresu, symposia) v originálním jazyce, místo konání a datum, příp. termínové rozpětí (to vše kurzívou). Pokud byl vydán sborník (Proceedings, Book of Abstracts), je třeba citovat v závorce jeho editory, dále příp. svazek, a vždy stránku. Údaje o vydavateli, místě vydání, případně o typu příspěvku nemusí být uvedeny, pokud byl publikován jen abstrakt a nikoliv plný text, ale je to vítáno:

Corning D. R.: *10th Annual IUPAC Congress: Structure of Polymers, Prague, 31 Aug. – 4 Sept. 1998*, Book of Abstracts (Dana J. F., ed.), str. 137 (resp. Poster no., Plenary Lecture apod.).

Bennito R., Saqala S.: *Sulfur Chemistry. Proc. 7th Eur. Meeting, Alma Ata, 7–15 June 1992* (Zaramayev S. A., ed.), A62. SIAS, Alma Ata 1993.

Nebyl-li vydán sborník ani abstrakta konference, pak lze citovat jen výjimečně, ve zdůvodněných případech, a to takto:

Bihás A. A.: předneseno na *7th Int. Conf. Organomet. Chem., Paris, 7th February 1995*.

Pokud byl ve sborníku uveřejněn plný text příspěvku, pak je třeba jej citovat jako knihu, tj. včetně vydavatele, místa a letopočtu vydání:

Corning D. R.: *Proceedings of 10th Annual IUPAC Congress: Structure of Polymers* (Dana J. F., ed.), str. 556. Huethig, Heidelberg 1993.

Patenty a patentové přihlášky

Je-li přihlašovatelem firma, musí její název následovat v závorce po jménech autorů. Citace musí být doplněna buď odkazem na Chemical Abstracts:

Fuchikamiu T., Ubukata Y. (Sagami Chemical Research Center): *PCT Int. Appl. WO 91 09674*; *Chem. Abstr.* 115, 158720 (1991).

Kusano M., Ishii M. (Kuraray Co.): *EP 731 111*; *Chem. Abstr.* 125, 25013 (1996).

nebo na patentovou třídu:

Kusano M., Ishii M. (Kuraray Co.): *EP 731 111 (C08F8/00)*.

Dosud neuveřejněné práce, soukromá sdělení nebo nepublikované výsledky

Tyto prameny by měly být citovány pouze výjimečně, ve zdůvodněných případech. Je třeba rozlišovat, v jaké fázi publikačního procesu se práce nachází, tj. např.

Novák F.: *Chem. Listy*, odesláno / přijato / v tisku.

Dvořák O.: soukromé sdělení.

Nový S.: nepublikované výsledky.

Diplomové a disertační práce, výzkumné zprávy

Tian M.: *Dissertation*. University of Texas at Austin, Austin, USA, 1994.

Točík Z.: *Diplomová práce*. Univerzita Karlova, Praha 1968.

Kvasina F.: *Doktorská dizertační práce*. Univerzita Karlova, Praha 1997.
Kvasina F.: *Výzkumná zpráva č. 335/97*. Univerzita Karlova, Praha 1997.

Výpočetní programy, tabulky

Je-li znám autor, pak se cituje takto:

Nardelli M.: *PARST. System of Computer Routines for Calculating Molecular Parameters from the Results of Crystal Structure*. University of Parma, Parma 1991.

Je-li znám pouze editor, pak takto:

PARST. System of Computer Routines for Calculating Molecular Parameters from the Results of Crystal Structure (Nardelli M., ed.). University of Parma, Parma 1991.

Není-li znám editor nebo je-li tým editorů:

PARST. System of Computer Routines for Calculating Molecular Parameters from the Results of Crystal Structure. University of Parma, Parma 1991.

International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. IV. Kynoch Press, Birmingham 1974.

Firemní materiály

Jejich citování by mělo zůstat ojedinelé. V případě katalogů se cituje takto:

Aldrich: *Katalog čistých chemikálií 1999–2000 (Česká republika)*, str. 1940.

Fluka, Riedel-de Haen: *Laboratorní chemikálie a analytická činidla 1999/2000 (Česká republika)*, str. 57.

Někdy je vhodné přidat i odkaz na internetovou adresu, doplněnou datem stažení, např.:

<https://www.sigma-aldrich.com>, staženo 3. září 1999.

U aplikačních a výrobních informací se používá formulace:

Spolana a.s.: *Aplikace lineárních alfaolefinů NERATEN: Finální úprava přísad do polymerů a gumárenských směsí*. Spolana, Neratovice 1998.

OSi Specialties Inc.: *Silanes for Waterborne Systems (Data Sheets)*. OSi Specialties, Endicott 1995.

Basel Ges.: firemní katalog „Dehtová barviva“, 1993.

I zde je vhodné uvést internetovou adresu, např.:

Spolana a.s.: *Neraten – Linear Alpha Olefins: Neraten 30+ (Aug. 1998)*. Spolana, Neratovice 1998.

<http://www.spolana.cz>, staženo 7. října 1998.

Právní dokumenty, normy

Vždy uvádět název zákona, např.:

Zákon č. 309/1992 Sb. *o ochraně ovzduší před znečišťujícími látkami* (zákon o ovzduší), (např. §28, odst. 1a). *Sbírka zákonů 1992, částka 57, str. 1343.*

Vyhlášky, prováděcí předpisy, směrnice apod.

U.S. Environmental Protection Agency: *Construction Quality Assurance for Hazardous Waste Disposal, EPA-530-SW-85-021* (U.S. EPA 1986).

Technické normy

Vždy musí být uveden název normy (číslo nestačí):

ISO Standard 8192-84: *Water quality: Test for inhibition of oxygen consumption.*

ČSN ISO 5724-1: *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 1: Obecné zásady a definice* (leden 1997).

DIN 38 414, Teil 4: *Schlamm und Sedimente (Gruppe S)* (1984).

OECD Guidelines for Testing of Chemicals (Paris) 1992, 15.

7. PŘÍLOHY

Přílohy jsou zařazeny na konec práce a jejich seznam je uveden v obsahu. Přílohy většího formátu je třeba přeložit tak, aby nemohly být ve hřbetu zašity či na okraji uříznuty při vazbě.

Technické pokyny

Forma psaní

Text práce píše na stránku formátu A4 s řádkováním 1,2, velikost písma 11 b (patkové, např. Times New Roman) nebo 10 b (bezpatkové, např. Ariel), šíří levého okraje 3,5 cm, pravého okraje 1,5 cm, horního okraje 2 cm a dolního okraje 2 cm. Text musí být pouze v jednom sloupci zarovnaným na obou stranách. Stránky musí být číslovány. Žádoucí je dodržování typografických pravidel: po větě čárce a tečky musí být vždy mezera, text uvnitř závorek pokračuje bez mezery. Základní typografická pravidla jsou např. uvedena na adrese <http://www.typo.cz/typo/typo-pravidla-hladka.html>.

Matematické rovnice

Jednoduché výrazy je vhodné psát v řádku za použití šikmých zlomkových čar. Při psaní složitějších matematických vzorců a rovnic je nutné pečlivě umístit indexy, exponenty a modifikující značky, zřetelně vyznačit rozdíl mezi velkými a malými písmeny, normálním písmem a kurzívou, správně a zřetelně napsat písmena jiných abeced a rozlišit nejednoznačné symboly – písmeno l od číslice 1 a písmeno O od nuly 0.

Tabulky

Nad každou tabulkou je uvedena arabská číslice jako pořadí tabulky a název, který vystihuje vzájemné vztahy uvedených veličin a definuje i společné podmínky, za kterých byly údaje získány (např. reakční podmínky u příprav sloučenin, podmínky kinetických měření). Tabulky musí být přehledné, jasně a logicky uspořádané. Je vhodné je uvést všude tam, kde zajistí efektivnější prezentaci údajů. Mimo nadpis může mít tabulka vysvětlivky týkající se souboru či jen jednotlivých parametrů, resp. hodnot. Ty se uvádějí pod tabulkou a označují se malým písmenem v podobě indexu (např. k (rel)^a, 0,235^b). Píší se plynule v řádku a oddělují čárkou či středníkem.

Obrázky

Pod každým obrázkem je arabská číslice jako pořadí tabulky a legenda, která jej činí jednoznačně srozumitelným (tj. bez nutnosti hledat nezbytné informace v textu). Vlastní legenda se skládá z výstižného popisu uvedených závislostí, významu použitých symbolů a podmínek, za jakých byly údaje získány. Obrázky se používají tehdy, má-li být vyjádřena závislost či situace, kterou nelze v textu jednoduše popsat. Přitom by však měl být počet obrázků co nejmenší (je např. zbytečné znázorňovat obrázkem, že experimentálně nalezené body leží na přímce, nebo dokazovat obrázkem chromatogramu, že látka je jednotná). Obrázky či fotografie běžných aparatur jsou zbytečné.

Grafy slouží k zobrazení závislostí sledovaných veličin, nikoliv k přesnému odečítání číselných hodnot. Proto je zbytečné uvádět na osách husté kótování a početné číselné značení. Obvykle postačí na osách 5 kót a 3 číselné hodnoty. Výjimku tvoří nomogramy, ve kterých je možné použít síť. Závislosti v grafu musí pokud možno vyplňovat celou plochu obrázku. Doporučená šíře obrázku je 10 až 12 cm včetně popisu kót. Je-li v jednom obrázku více křivek, lze je rozlišit kurzívnými arabskými číslicemi ve vzestupném či sestupném pořadí. V odůvodněných případech (zejména tehdy, když se křivky překrývají) je možné číselné značení doplnit odlišným grafickým provedením (v pořadí čar plná, přerušovaná, tečkovaná a čerchovaná).

Grafy musí mít označenu osu souřadnic a pořadnic příslušným symbolem veličiny, odděleným čárkou od jejího rozměru. Symboly veličin jsou vždy umístěny mezi poslední dvě číselné hodnoty. Zlomek se vždy převádí na součin s dělitelem v záporné mocnině (např. k , l mol min⁻¹).

Při vyznačení experimentálních bodů mají přednost tvary v následujícím pořadí: plné a prázdné kolečko, resp. čtverec, kosočtverec či trojúhelník, ×, +. Pokud má být spolu s výsledky vyznačena i chyba měření, učiní se tak úsečkami příslušné délky, vedenými symetricky z experimentálního bodu rovnoběžně s osou y nebo x.

Při větším počtu grafů je nutné dodržet jednotný rozměr a vzhled (stejnou výšku a sílu popisu, sílu čar, kót apod.). Nevhodné je do obrázků vpisovat text (např. reakční podmínky, za kterých byla závislost získána), vysvětlení experimentálních bodů, strukturální vzorce či číselné údaje. Ty patří do legendy k obrázku. U výpisu z měřicích zařízení je nezbytný český popis (ponechat původní, zpravidla anglický popis se nepřipouští).

Diplomová práce se odevzdává na sekretariát ústavu v následující formě:

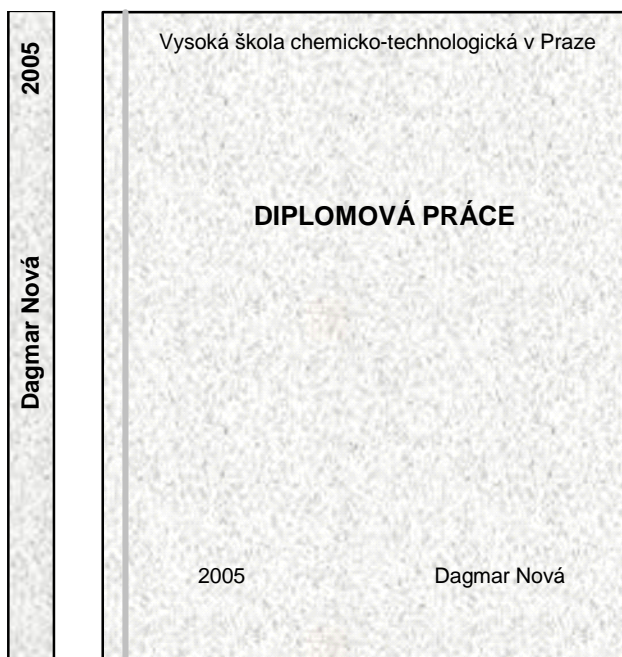
1 x NESVÁZANÝ VÝTISK

4 x SVÁZANÉ KOPIE

1 x ELEKTRONICKÁ VERZE na CD, která bude přístupna veřejnosti k nahlédnutí. Je proto možné z této verze vyřadit pasáže, které lze označit jako důvěrné.

Vazba:

Na deskách a hřbetu diplomové práce musí být vytištěno:





VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE
Fakulta chemické technologie

Ústav organické technologie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Syntéza cyklopentenu parciální hydrogenací cyklopentadienu

Dagmar Nová

Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou prací vypracoval(a) samostatně a použil(a) jsem jen pramenů, které cituji a uvádím v seznamu použité literatury.

V Praze dne 9. května 2005

.....
Podpis

Syntéza cyklopentenu parciální hydrogenací cyklopentadienu

Předkládaná diplomová práce řeší některé úkoly spojené s vývojem výroby cyklopentenu parciální hydrogenací cyklopentadienu. Cyklopenten je výchozí látkou pro syntézu některých chemických specialit a zejména pak hodnotným monomerem pro výrobu speciálních polymerů. Jeho výroba z komoditní petrochemické suroviny – cyklopentadienu může být proto velice atraktivní.

Jako součást podkladů pro simulaci rektifikačního uzlu připravované technologie byly experimentálně proměřeny vzájemné relativní těkavosti složek obsažených v hydrogenátu u těch binárních směsí, jejichž rovnovážná data nebyla k dispozici či byla pro dané účely nedostačující.

Na laboratorně připravených katalyzátorech Pd/Al₂O₃ v práškové formě byl sledován vliv kalcinační teploty (úzce spjata s disperzitou Pd na katalyzátoru) na selektivitu hydrogenace. Bylo zjištěno, že teplota kalcinace Pd katalyzátoru v intervalu 120 – 550 °C významněji neovlivňuje ani selektivitu ani aktivitu.

Byl proveden čtvrtprovozní hydrogenační experiment na pilotní kontinuální aparatuře s adiabatickým reaktorem s pevným ložem katalyzátoru. K tomuto účelu byl po předchozích selektivitních testech v laboratorním vsádkovém autoklávu s košíčkem na granulovaný katalyzátor vybrán jeden z komerčních nízkoprocentních Pd katalyzátorů. Výsledky ukázaly, že adiabatický průtočný reaktor s pevným ložem katalyzátoru není vhodný pro selektivní hydrogenaci cyklopentadienu na cyklopenten v kapalné fázi z důvodu velice nízké selektivity tohoto procesu.

Synthesis of cyclopentene by partial hydrogenation of cyclopentadiene

This diploma thesis solves some tasks concerning the development of the cyclopentene production based on the partial hydrogenation of cyclopentadiene in liquid phase. Cyclopentene is a raw material in synthesis of some chemical specialities, especially in production of some special polymer materials. The production of cyclopentene from common petrochemical substance – cyclopentadiene can be very attractive.

For purposes of the mathematical simulation of rectification line in the technology, the liquid – vapour equilibria of reaction components binary systems having no or insufficient equilibrium data were measured.

Influence of calcination temperature on the hydrogenation process was studied with the laboratory-prepared Pd/Al₂O₃ catalysts in powder form. It was found that calcination temperature between 120 – 550 °C used in preparation of Pd catalysts does not have a significant effect on activity and selectivity.

The pilot plant hydrogenation experiment was carried out in continuous adiabatic trickle-bed reactor. Commercial granulated palladium catalyst was used. Results show that this type of reactor is not suitable for the production of cyclopentene by partial hydrogenation of cyclopentadiene.

Studijní obor: **Technologie organických látek**

Diplomant(ka): **Dagmar Nová**

Vedoucí práce: **Prof. Ing. Jan Veselý, DrSc.**

Práce odevzdána dne: **10. května 2005**