



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Analýza vybraných prvků v rostlinném materiálu a vitamínových tabletách s využitím zmlžování do ICP plazmatu po kryogenním mletí vzorku

Autor: Miroslav Antal

Studijní obor: Ochrana životního prostředí

Diplomová práce byla zaměřena na problematiku zmlžování suspenzí vzorků s organickou maticí do ICP-OES spektrometru a možnosti využití kryogenního mletí pro přípravu uvedených typů vzorků k analýze. Cílem práce bylo optimalizovat podmínky kryogenního mletí vzorků pro následnou přípravu suspenzí, optimalizovat nastavení parametrů ICP-OES spektrometru pro jejich vnášení a vypracovat tak alternativní časově úspornou metodu ke standardním postupům založeným na mineralizaci na mokré cestě a to při zachování maximální detekční schopnosti, citlivosti a omezení interferujícího vlivu matrice.

V literární části práce se autor věnuje popisu problematiky zmlžování suspenzí a využití kryogenního mletí pro přípravu různých typů vzorků k analýze. V experimentální části byl zpracován přehled použité instrumentace, uveden seznam použitých chemikálií, analyzovaných vzorků, postup přípravy vzorků a uvedeny optimalizované parametry měření. V kapitole výsledky a diskuze jsou zachyceny optimalizace vyvíjených postupů. Navrženy byly vhodné podmínky kryogenního mletí s ohledem na velikost a distribuci částic z hlediska možnosti přímého zmlžování suspenze do ICP, určena byla limitní koncentrace suspenze. Optimalizovány byly podmínky analýzy na ICP-OES spektrometru, studován byl vliv matričního efektu na stanovení S, Zn, P, Na, Mg, Mn, Fe a Ca při analýze s přímým zmlžováním suspenze do ICP. Pozornost byla věnována možnosti kompenzace nespektrální interference pomocí porovnávacích prvků. Pro tento účel bylo testováno použití Be, Sc, Y a suspenzního porovnávacího prvku (Zr na nosiči), pro který pak bylo dosaženo nejlepších výsledků. Správnost a přesnost stanovení byla ověřena na základě analýzy certifikovaného referenčního materiálu. Navržená metoda byla použita pro stanovení 8 vybraných prvků v 5 typech vzorků. V závěru práce jsou shrnuty dosažené výsledky a uvedeny výhody a nevýhody použité metody z hlediska možnosti jejího využití pro potřeby rutinní analýzy.

K práci mám zejména následující připomínky:

- [1] Str. 28: Kryogenní mletí vzorku představuje jednu z etap přípravy vzorku k analýze a tudíž by popis jeho postupu měl být podle mého názoru obsažen v kapitole "Příprava vzorků".
- [2] Str. 28: Chybí údaje o výrobci certifikovaného referenčního materiálu (NCS DC73350) (pravděpodobně National Research Center for Certified Reference Materials, Beijing, Čína).
- [3] Str. 29: V tabulce III by bylo vhodnější při popisu teplotního programu mikrovlnné mineralizace z důvodu možnosti zopakování experimentu uvést rovněž doby nárůstu a držení teplot v reakčních nádobách, údaje o nastavení výkonu mikrovlnného generátoru, případně počtu nádob umístěných v systému.

- [4] Str. 29 a i dále v textu: Namísto termínu „vnitřní standard“ by mělo být užito termínu „porovnávací prvek“.
- [5] Str. 33 a dále v textu: Pozor na počet platných desetinných míst!
- [6] Str. 35: Tabulka IX je prakticky identická s tabulkou VI. Podobný problém se při uvádění parametrů měření objevuje i dále v textu. Pro tento účel by bylo vhodnější vytvořit jedinou tabulku, ve které by byly některé rozdíly uvedeny v poznámce pod tabulkou. Tabulku by pak bylo vhodné uvést v experimentální části práce. Podobný problém se vyskytuje v textu i při opakovaném uvádění koncentrací jednotlivých kalibračních standardů.
- [7] Str. 36: V tabulce X by bylo vhodné užít namísto označení analyzovaného vzorku „REF“ např. termínu „nalezená hodnota“. Použitý referenční materiál je materiálem certifikovaným, tudíž by v tabulce měly být uvedeny i nejistoty certifikovaných hodnot dané výrobcem. Pro lepší přehlednost je lépe uvádět hodnoty návratností v % než absolutní rozdíl nalezené hodnoty od deklarované.
- [8] Str. 36, kapitola 4.3.1: Pro text uvedený v této v podkapitole nazvané „Měření velikosti částic“ by bylo lepší použít samostatné kapitoly. V textu by pak bylo vhodné doplnit koncentraci suspenze použité pro měření.
- [9] Str. 37, tabulka XI, XII a str. 38, obr. 2: Pro lepší porovnání závislosti velikosti částic v čase by bylo vhodné uvést též odhady směrodatných odchylek mediánů.
- [10] Str. 41: V kapitole 4.3.2 by bylo zajímavé uvést též některé analytické charakteristiky jako např. hodnoty detekčních limitů a přesnosti stanovení vybraných analytů v závislosti na koncentraci suspenze.
- [11] Str. 44: Názvy obrázků č. 11 a 12 neodpovídají zobrazeným závislostem.
- [12] Při studiu vlivu interference matrice na stanovení vybraných elementů by bylo pro lepší orientaci vhodné uvést tabulku, ve které by byly např. pro certifikovaný referenční materiál vedle hodnot deklarovaných uvedeny hodnoty nalezené a to pomocí jednotlivých testovaných přístupů. Z hlediska snadného posouzení vlivu matrice na stanovení vybraných elementů by bylo zajímavé uvést směrnice kalibračních přímk bez a v přítomnosti matrice vzorku.
- [13] Str. 55–58, obr. 17–24: Je popis x-ových os pro uvedené obrázky v pořádku? Bylo testování vlivu změny příkonu do plazmatu na stanovení jednotlivých elementů provedeno ve vhodném koncentračním rozsahu?
- [14] Str. 63–66: Anglické názvy citovaných časopisů by měly být uvedeny velkými písmeny, v některých případech jsou názvy uvedeny nesprávně. Namísto zkratky et al. by měla být za jmény hlavních autorů uvedena též jména všech spoluautorů práce.
- [15] Str. 67: Zkratky ETA-AAS a GF-AAS jsou označením jedné analytické techniky a to atomové absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací.

Závěrem je možné konstatovat, že předložená diplomová práce je po obsahové stránce zajímavá a uvedené připomínky nijak zásadně nesnižují její kvalitu. Jelikož Miroslav Antal splnil všechny body zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Velmi dobře.

V Pardubicích 28.5. 2009

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.

