

Oponent: Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice

Posudek diplomové práce Bc. Michaely Konečné
„Multielementární analýza půd, hornin a sedimentů metodou hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu a průletovým analyzátozem s ortogonální akcelerací iontů“

Diplomová práce je zaměřena na problematiku multielementární anorganické analýzy půd, hornin a sedimentů s využitím techniky hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu s průletovým analyzátozem s ortogonálním urychlováním iontů.

Teoretická část práce je věnována problematice analýzy půd, hornin a sedimentů technikou ICP-MS, zejména projevům spektrálních interferencí v ICP-MS a možnostem jejich odstranění. Na modelových vzorcích byla provedena studie vlivu spektrálních interferencí pocházejících z matrice vzorku projevujících se v ICP-MS, byl podán návrh možných korigujících postupů využívajících chemických reakcí. Postupy byly prakticky ověřeny analýzou referenčních materiálů půd a sedimentů.

Práce obsahuje kvalitně zpracovanou literární rešerši přehledně shrnutou ve formě tabulek. Výsledková část je logicky členěna a doplněna názornou grafickou přílohou. Z velkého množství experimentálních dat je vybráno to podstatné, komentáře výsledků a závěry jsou jasné.

K práci mám tyto připomínky:

1. V práci se vyskytuje značné množství drobných chyb v interpunkci i pocházejících patrně z automatických oprav použitého textového editoru. Větší péče mohla být věnována jednotné úpravě vzhledu tabulek. Výsledky nejsou uváděny v jednotném formátu - např. tabulka 17, str. 63 uvádí meze detekce a stanovení s rozdílnými počty platných cifer. Při prezentaci výsledků analýzy certifikovaného referenčního materiálu je vhodné uvádět nalezené hodnoty ve formátu shodném s údajem v certifikátu (tab. 18, str. 68).
2. Text zejména v teoretické části je členěn logicky, ovšem zbytečně na velmi krátké, několikařádkové podkapitoly (např. 2.4.1).
3. Rozdělení nespektrálních interferencí (kap. 2.1.2., str. 19) na chemické a fyzikální je neobvyklé a neodpovídá citovanému zdroji. Na stejné straně v kapitole 2.2 je nejasně vysvětlena metoda standardního přídatku a její použití pro identifikaci interferencí. Dále

rozdíl mezi nalezeným a certifikovaným obsahem analytu v referenčním materiálu může být i projevem přítomnosti matrice, ale i dalších vlivů - kontaminace, ztráty analytu, nevyhovující rozklad atd. Není vůbec zmíněná identifikace interferencí ze spekter.

4. Nesouhlasím s tvrzeními: 1) str. 20 - „při ionizaci prvku vzniká ve většině případů větší počet izotopů“ a 2) str. 25 - „totální rozklad zahrnuje luhování a extrakci“ - jaký je rozdíl mezi uvedenými mechanismy? Výsledkem extrakce jsou dva podíly - např. pevný a kapalný, či dva nemísitelné kapalné. Výsledkem totálního rozkladu je čirý roztok.
5. Kapitola 2.6 je nazvaná „Praktická aplikace metody ICP-MS při analýze vzorků půd, hornin a sedimentů“. Její název slibuje přítomnost stěžejní kapitoly práce, ale vůbec neodpovídá obsahu, který je výčtem vybraných polyatomických interferencí. Problematika ICP MS analýzy uvedených materiálů je v odborné literatuře dosti často citována a měl by jí být věnován odpovídající prostor. V této kapitole je uvedeno, že „stanovení $^{60}\text{Ni}^+$ je ovlivněno interferencí $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^{+}$ “ - patrně jde o železo a ne nikl?
6. str. 51, 4. řádek - jak lze kvantifikaci příspěvku matrice provést z grafickou interpretací?
7. str. 51, obr. 5 - při použitím rozlišení y-ové osy lze těžko posoudit projev interference ($^{61}\text{Ni}^+$ a $^{63}\text{Cu}^+$) jako „v menší míře“. Podobná obecná a nejasná tvrzení se vyskytují i jinde v textu - např. komentář k obr. 7, str 53 - „výrazná či významná interference“ apod.
8. Významnou součástí polyatomických částic je uhlík a obvykle je cílem jej ze vzorku mineralizací odstranit. V případě této práce je uhlík přidáván v organických kyselinách použitých jako modifikátory. Byl brán v úvahu, že může ovlivnit stanovení?
9. Kyselina dusičná je obvykle používána pro rozklad vzorku. Jsou její zbytky v minerálizátu postačující pro převedení chloridů na HCl?
10. Prezentace detekční limitů a mezí stanovitelnosti pro metodu není objasněna v textu, není uvedena navážka vzorku a výsledný objem roztoku, které umožňují přepočet. Vysvětlivku v záhlaví tabulky nepokládám za postačující.
11. V kapitole 4.4 Ověření přesnosti a správnosti není vysvětleno, jak byla hodnocena shoda či neshoda nalezených a certifikovaných obsahů analytů v referenčním materiálu.

Vzhledem k obsahu práce mohu konstatovat, že Bc. Michaela Konečná splnila úkoly vyplývající ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

Velmi dobře

Pardubicích, 25. května 2011

Ing. Anna Krejčová, Ph.D

