



## Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Analýza vzorků životního prostředí pomocí ETV-o-TOF-ICP-MS

Autor: Bc. Michal Navrátil

Studijní obor: Ochrana životního prostředí

Diplomová práce je věnována problematice spojení elektrotermického vypařování (ETV) s hmotnostní spektrometrií s ionizací v indukčně vázaném plazmatu (ICP-MS) se zaměřením na instrumentaci s průletovým analyzátozem s ortogonální akcelarací iontů (o-TOF).

V literární části, která je hlavním pilířem celé práce, je popsána konstrukce zařízení pro elektrotermické vypařování, popsány jsou teoretické základy ETV, diskutovány jednotlivé parametry limitující analytické charakteristiky a výhody spojení ETV-ICP-MS. Uvedeny jsou zde dále reálné aplikace analýzy vybraných typů vzorků, které podtrhují především dva hlavní významy systému ETV-ICP-MS. Jedná se zejména o možnost přímého zavádění kapalných i pevných vzorků, a to při dávkování malých objemů či množství vzorku a dále možnost výrazné redukce spektrálních vlivů, které jsou v oblasti ICP-MS analýzy jedním z hlavních a kritických faktorů limitujících správnost analytických výsledků.

Experimentální část práce shrnuje přehled použité instrumentace, uveden je zde seznam použitých chemikálií, analyzovaných vzorků a postup přípravy vzorků k analýze.

V kapitole výsledky a diskuze jsou diskutovány výsledky multielementární analýzy certifikovaných referenčních materiálů (CRM) z biologické a environmentální oblasti a shrnuty vybrané analytické charakteristiky získané pro o-TOF-ICP-MS instrumentaci první (OptiMass 8000) a druhé generace (OptiMass 9500). Z důvodu poruchy ICP-MS spektrometru již bohužel nebylo možné realizovat experimenty s ETV jednotkou.

K práci mám následující připomínky:

- [1] Seznam zkratk: ICP-TOF-MS není ICP-MS spektrometrie s průtokovým analyzátozem; TOF není průtokový detektor!
- [2] Str. 27–29, kap. 3.1: Ve čtvrtém odstavci na straně 27 je uveden celkový teplotní program ETV; nejedná se tedy pouze o „vypařování“. Podobně teplota 120 °C, která je uvedena v textu na straně 29 není teplotou pyrolýzy, ale teplotou sušení.
- [3] Str. 41–50, kap. 4.: V experimentální části práce zcela chybí parametry nastavení obou o-TOF-ICP-MS spektrometrů. Jestliže byl pro mikrovlnný rozklad certifikovaných referenčních materiálů použit shodný teplotní program, není nutné tento program opakovaně uvádět pro každý z materiálů (viz kap. 4.2.5–4.2.8).
- [4] Str. 51–54, kap. 5.1, tab. 2: Bylo by vhodné v textu podrobněji diskutovat jakým způsobem byly určeny detekční limity stanovení vybraných elementů. Hodnoty detekčních limitů se mi v mnohých případech zdají nereálné (např. As, Cr, Ni, Zn, ...). Nepravděpodobné se mi rovněž zdá, aby hodnota LOD vyhodnocená pro izotop  $^{50}\text{Cr}^+$  s přirozeným zastoupením přibližně 4.4 %, byla o jeden řád nižší, než-li pro izotop  $^{52}\text{Cr}^+$  s přirozeným výskytem 83.8 %. Při srovnání hodnot LOD odpovídajícím hodnotám uvedeným v software přístroje, bude nalezená hodnota LOD pro  $^{50}\text{Cr}^+$

identická s hodnotou určenou pro  $^{50}\text{V}^+$ , jelikož spektrometr oba izobarické ionty není schopen rozlišit!

- [5] Str. 56–69, kap. 5: Data uvedená v tabulce 5–14 by zasloužila revizi! Jakým způsobem bylo dosaženo záporných hodnot koncentrací stanovovaných prvků v CRM GBW 07601 (viz tabulka 5)? Podobný problém se vyskytuje i pro data uvedená v tabulce 11–14. V tabulkách, které dokumentují výsledky analýzy pevných vzorků by hodnoty koncentrací měly být namísto  $\mu\text{g L}^{-1}$  uvedeny v jednotkách  $\mu\text{g kg}^{-1}$ , apod. Ve všech případech by pak namísto hodnot korelačních koeficientů (R) bylo lépe uvádět koeficient determinace ( $R^2$ ), který lépe vypovídá o kvalitě regresního modelu.
- [6] Ve výsledkové části práce nejsou uvedeny detekční limity celého analytického postupu, diskutován není ani případný vliv interference matrice. Oba faktory přitom mohou přispět k diskuzi výsledků analýzy vybraných certifikovaných referenčních materiálů, které nebyly vždy v souladu s hodnotami deklarovanými výrobcem CRM. Ačkoli v daném ohledu svou roli jistě sehrál i stávající stav použité instrumentace.

Předložená diplomová práce obsahuje kvalitně zpracovanou literární rešerši, je psána srozumitelně a po obsahové stránce je zajímavá. Ačkoli z důvodu poruchy instrumentace práce neobsahuje obvyklé množství experimentálních dat, prokázal autor že je s teoreticky i experimentálně náročnou metodou dobře obeznámen.

Práci doporučuji k obhajobě a hodnotím ji známkou:

**Velmi dobře.**

V Pardubicích 25.5. 2014

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.

