

Oponent: Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice,
Studentská 573, 532 10 Pardubice

Posudek diplomové práce Bc. Jany Bohuslavové
„Využití chemických modifikátorů pro odstranění interference matrice při
multielementární analýze technikou ICP-MS“

Diplomová práce je zaměřena na studium polyatomických spektrálních interferencí pocházejících z matrice analyzovaného vzorku, které se projevují při analýze hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem, zejména na jejich odstranění pomocí vybraných modifikátorů.

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

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 vyskytují drobné chyby v interpunkci, které ovšem nijak nesnižují její kvalitu. Výsledky nejsou uváděny v jednotném formátu - např. tab. 16, str. 63 uvádí mez detekce a stanovení s rozdílnými počty platných cifer. Při prezentaci výsledků analýzy referenčního materiálu je vhodné dodržovat formát shodný s údaji v certifikátu (tab. 18, str. 68).
2. Nejvýznamnějším zdrojem interferencí v ICP-MS je matrice vzorku, dále pak chemikálie použité při úpravě vzorku. Dle mého názoru je tvrzení, že „často vznikají v důsledku chyb při vzorkování, úpravě vzorku před rozkladem“ nadsazené.
3. Na str. 20, kap. 2.3 je metoda standardního přídavku označena jako „nejvíce použitelná“ pro odhalení interferencí. Takto lze kvantifikovat výtěžnosti při analýze bez a s matricí, ale nelze identifikovat interference a usuzovat na jejich povahu.

4. Interní standard může přispět ke kompenzaci dlouhodobé nestability přístroje, jak tvrdí autorka v kapitole 2.4.2, str. 29, ale používá se zejména při eliminaci rozdílného chování kalibračních standardů neobsahujících matici a vzorků s maticí při formování aerosolu vstupujícího do plazmatu, tedy vlivu fyzikálních vlastností roztoků - viskozity, hustoty...
5. Nesouhlasím s tvrzením ze str. 30, ř. 7 „Při nedestruktivních technikách je ze vzorku pouze odpařena voda.“
6. Komentář k obr. 5, str. 48 je rozporuplný.
7. str. 49, obr. 6 - při použitím rozlišení y-ové osy lze těžko posoudit projev interference na $^{74}\text{Ge}^+$ jako nevýrazný
8. str. 56, obr. 15 - jak vysvětlíte pokles výtěžnosti pro modifikátory kyselinu vinnou a citrónovou pod 100 %, což je patrné i při zvoleném měřítku y-ové osy pro hodnoty pod 100 % nevýhodném?
9. Reakcí kyseliny šťavelové a vápenatého iontu vzniká sraženina. Nečiní problémy při zmlžování roztoků?
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 (tab. 16, str. 63) nepokládám za postačující.
11. Lze vysvětlit, proč nebyl detekován mangan ve vzorku ředěného mléka, ačkoliv je jeho obsah v původním materiálu 216 mg/kg, což při zhruba 500násobném ředění představuje výslednou koncentraci přibližně 0,4 mg/l?
12. Lze si učinit představu o obsahu maticích prvků (Na, K, Mg, Ca, Cl) v analyzovaných referenčních materiálech? Moč je velmi „zasolená matrice a při existenci spektrálních interferencí, jak plyne z grafů prezentovaných v této práci, je možné předpokládat mnohem větší rozdíl mezi stanovením bez modifikátoru a s modifikátorem. Z tabulek 18 a 19 tak významné diference nejsou patrné, v některých případech jsou výsledky s přídatkem modifikátoru vyšší než bez něho. Lze hodnotit společný příspěvek všech složek matrice? Projevují se i nespektrální interference matrice?

Vzhledem k obsahu práce a k minimálnímu množství nedostatků mohu konstatovat, že Bc. Jana Bohuslavová splnila úkoly vyplývající ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

V ý b o r n ě - m

Pardubicích, 25. května 2010

Ing. Anna Krejčová, Ph.D

