



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Alternativní postupy přípravy vzorků životního prostředí k ICP-OES analýze

Autor: Bc. Josef Fabián

Studijní obor: Ochrana životního prostředí

Diplomová práce byla zaměřena na problematiku přípravy a multielementární analýzy suspenzí vzorků olejnatých semen, půd, řas a jater metodou ICP-OES. Cílem práce bylo navrhnout vhodný postup přípravy suspenzí vybraných vzorků, zahrnující též optimalizaci podmínek kryogenního mletí, optimalizovat nastavení parametrů ICP-OES spektrometru pro vnášení suspenzí a vypracovat tak alternativní časově úspornou metodu ke standardním postupům založeným na mineralizaci na mokré cestě. To vše při zachování maximální detekční schopnosti, citlivosti a omezení interferujícího vlivu matrice.

V literární části práce byla pozornost věnována problematice zmlžování suspenzí a jejich přípravě. 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. Byl studován vliv matrice pro různá experimentální uspořádání, při použití zmlžovačů s rozdílným mechanismem tvorby aerosolu, spotřebou i účinností. Nespektrální interference byly sledovány na modelovém roztoku vybraných kovů, obsahujících přídavky interferentů (Ba, Ca, Na, močovina, HNO_3). Provedena byla též volba vhodné kalibrační strategie. Správnost a přesnost stanovení byla ověřena pomocí certifikovaných referenčních materiálů a/nebo porovnáním výsledků s hodnotami dosaženými analýzou reálných vzorků za využití tradičních mineralizačních postupů. 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] Seznam zkratk: Zkratky ICP-MS a ICP-OES značí hmotnostní, resp. optickou emisní spektrometrii s ionizací v indukčně vázaném plazmatu.
- [2] Str. 17: Není pravdivé tvrzení, že úplný rozklad vzorku je většinou spojen s použitím HF v kombinaci s dalšími kyselinami. Toto tvrzení je omezeno zejména na rozklad vzorků obsahujících silikátovou matici.
- [3] Str. 21: Uvedené složení lučavky královské neodpovídá pravdě.
- [4] Str. 44: Namísto Analytica Co. Ltd. by mělo být uvedeno Analytika spol. s r. o.
- [5] Str. 49, tabulka 7: Použitý typ mikrovlnného zařízení neumožňuje monitorování tlaku při mikrovlnném rozkladu.

- [6] Str. 59, tabulka 13: Tabulka by měla obsahovat rovněž koncentrace jednotlivých analyzovaných prvků pro něž byly hodnoty relativní směrodatné odchylky intenzit signálu v čase monitorovány.
- [7] Str. 60, obrázek 8: Rozmezí koncentrací analyzovaných suspenzí uvedených v textu (0.1–5 %, hm) neodpovídá jednotkám uvedeným na ose x. Sporné je též vymezení linearit kalibrace, a to v rozsahu do 1 % (hm.).
- [8] Str. 62–69, kap. 4.3.7, tabulky 14–16: Pro hodnoty uvedené v tabulkách 14–16 chybí směrodatné odchylky odhadu parametrů. V tabulce 14 jsou uvedeny výsledky stanovení vybraných prvků po mikrovlnné mineralizaci vzorku půdy v přítomnosti různých mineralizačních činidel, přičemž směs $\text{HNO}_3 + \text{HCl} + \text{HF}$, byla zvolena jako optimální. Jak si vysvětlujete, že v přítomnosti uvedené mineralizační směsi nebylo dosaženo v některých případech analýzy certifikovaných referenčních materiálů shody mezi nalezenými a deklarovány koncentracemi (viz výsledky analýz uvedených v tabulce 15 a 16)?

Závěrem je možné konstatovat, že předložená diplomová práce zahrnuje obdivuhodné množství experimentálních dat a představuje po obsahové stránce kvalitní materiál. Jelikož Bc. Josef Fabián splnil všechny body zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Výborně (-m).

V Pardubicích 26.5. 2011

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.

