Oponent: Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice,

Studentská 573, 532 10 Pardubice

Posudek diplomové práce Bc. Lenky Chalupové

„Odstranění interference matrice při analýze vzorků životního prostředí metodou ICP-MS“

Diplomová práce je zaměřena jednak na studium spektrálních interferencí spojených s vysokým obsahem solí v matrici analyzovaného vzorku, které se projevují při analýze hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem, jednak 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, které pocházejí z matrice vzorku. Byl podán návrh možných postupů korigujících spektrální interference využívajících chemických reakcí. Postupy byly prakticky ověřeny analýzou referenčních materiálů s vysokým obsahem solí (mořská voda, moč).

Práce obsahuje zpracovanou literární rešerši přehledně shrnutou ve formě tabulek. Výsledková část je logicky členěna a doplněna názornou grafickou přílohou. Komentáře výsledků a závěry jsou jasné.

K práci mám tyto připomínky:

1. V práci se vyskytuje značné množství drobných chyb v interpunkci, v psaní mezer mezi čísly a jednotkami, některá slova jsou uváděna s dvojím pravopisem (plasma/plazma), což celkově svádí k úvaze o nepříliš pečlivém přístupu k sepisování práce. Nejednotně je uváděn symbol pro litry, nejednotně jsou zapisovány jednotky. Výsledky nejsou uváděny v jednotném formátu - např. tabulka 19, str. 62 uvádí meze detekce s rozdílnými počty platných cifer. Při prezentaci výsledků analýzy certifikovaného referenčního materiálu je vhodné prezentovat nalezené hodnoty ve formátu shodném s údajem v certifikátu, či alespoň dodržet shodné počty uváděných platných míst (tab. 21 a 22, str. 67 a 68).
2. Teoretická část působí nevyváženě. Je spíše stručným přehledem výňatků z učebnicových textů než zmapováním reálné situace vycházejícím z recenzovaných zdrojů. Autorka se navíc dopouští zjednodušení, která vedou k odborným nepřesnostem:

- např. str. 24, vysvětlení pojmu „frakcionační analýza“,
- kapitola 2.6, str. 33, Tabulka 7 není citována v textu,
- kapitola 2.7 „Kontrola správnosti analytického postupu“ je myšlenkově nesouvislá a místy matoucí:
    i. V této kapitole uváděná norma ČSN-EN 45001 je neplatná a byla v roce 2001 nahrazena normou ČSN EN ISO/IEC 17025 Posuzování shody - Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří.
    ii. Zde uvedený popis validačního postupu vychází z návodu pro laboratorní cvičení (citace 54). Pro tuto problematiku je dostupná řada spolehlivějších literárních zdrojů, např. publikace organizace Eurachem, která tuto oblast systematicky mapuje.
    iii. Referenční materiály „Metranae“ – patrně jde o přepis a ve skutečnosti se jedná o materiály „Metranal“ firmy Analytika, spol. s.r.o.
    iv. Formulace „Validace lze ověřit několik způsoby.“ s „Stále větší počet laboratoří provádí systém managementu kvality…“ jsou nesmyslné.
    v. str. 35 - 37, Tabulka 8, 9 a10 není citována v textu, dvě tabulky značeny shodně Tabulka 10.

3. Experimentální část:
    - chybí citace zdrojů informací o používaných přístrojích (ICP MS, podvarové destilační zařízení) a nejsou citovány obrázky.
    - Tabulka 12, str. 41 – nesprávný zápis hydrátů.
    - Nejasný popis přípravy roztoků chloridu a síry s přídavkem modifikátoru. Co má vyjadřovat název Tabulky 14 Koncentrační přídavek modifikátoru do 50ml odměrné baňky?
4. Výsledková část.
    - V obrázcích 3 – 13 je patrně problém s volbou typu písma v popisech os, neboť jsou vytisknuty grafické znaky místo písmen.
    - Bylo by vhodné rozšířit experiment o studii nespektrálních interferencí, a to velmi jednoduchým způsobem, kdy by mohly být sledovány izotopy, u kterých neprojevují spektrální interference polyatomických iontů pocházejících ze solí. To by mohlo přispět alespoň k odhadu příspěvku nespektrálních interferencí. Při stanovení vanadu na izotopu $^{51}V^{+}$ (obr. 9) kyselina citronová eliminuje vliv spektrání interference $^{35}Cl^{16}O^{+}$. Pro vyšší obsahy chloridu sodného klesá výtěžnost analýzy významně pod 100 %, což může být dáno přítomností samotného chloridu

i kyseliny citrónové. Oproti vodným roztokům tyto chemikálie mění viskozitu a hustotu zmlžovaného vzorku a ovlivňují tvorbu i fyzikální charakteristiky vznikajícího aerosolu.

- Kyselina citrónová, použitá ve studii, byla čistoty p.a., což může pro některé sledované izotopy znamenat významný slepý pokus při stanovení. Násobný až řádový nárůst detekčních limitů vlivem nečistot přítomných v kyselině citrónové se mi ovšem zdá neúměrně vysoký (Tabulka 19).
- Byly stanoveny obsahy sledovaných izotopů v samotné kyselině citrónové? Umožnilo by to provést korekci při analýze referenčních materiálů.

Vzhledem k obsahu práce mohu konstatovat, že Bc. Lenka Chalupová splnila úkoly vyplývají ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

V e l m i d o b ř e – m

Pardubicích, 25. května 2012

Ing. Anna Krejčová, Ph.D