



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Analýza malých objemů vzorků pomocí o-TOF-ICP-MS.

Autor: Bc. Adam Pařízek

Studijní obor: Ochrana životního prostředí

Diplomová práce byla zaměřena na možnost spojení lineární dávkovací pumpy s hmotnostním spektrometrem s ionizací v indukčně vázaném plazmatu a průletovým analyzátozem s ortogonální akcelerací iontů (o-TOF-ICP-MS) pro analýzu malých objemů vzorků.

Teoretická část práce byla věnována problematice vnášení kapalných vzorků do plazmatu. Diskutovány byly systémy pro zavádění standardních i malých objemů, systémy přímého zavádění kapalných i pevných vzorků, popsány teoretické základy transportních jevů v aerosolech, uvedeny reálné aplikace. 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. Určeny byly charakteristiky kontinuálního a diskrétního dávkování vzorků realizované pomocí lineární pumpy spojené s Micromist zmlžovačem (0.4 mL min^{-1}) a cyklonickou mlžnou komorou. Sledována byla závislost intenzity signálu, rozlišení, detekčního limitu či spotřeby vzorku na rychlosti průtoku vzorku, optimalizovány byly promývací časy. Určeny byly analytické charakteristiky metody jako detekční limit či analytická návratnost stanovení vybraných prvků v diskrétním režimu práce, a to jak pro systém dávkování vzorků pomocí lineární pumpy, tak pumpy peristaltické. Správnost a přesnost metody využívající k dávkování vzorku lineární pumpu v diskrétním režimu byla ověřena na základě analýzy certifikovaných referenčních materiálů (CRM) vybraných z biologické a environmentální oblasti.

K práci mám zejména následující připomínky a dotazy:

- [1] Anotace, seznam zkratk: o-TOF-ICP-MS spektrometr není vybaven průletovým detektorem, ale průletovým analyzátozem iontů! TOF není průletový detektor!
- [2] Str. 57–58, kap. 3.5: Z hlediska robustnosti a co nejlepší univerzálnosti metody není ideální pro jednotlivé typy analyzovaných vzorků volit vždy jiný typ kalibrace ve smyslu volby kalibračních standardů. Pokud jsou navíc shodné kalibrační rozsahy jednotlivých řad, jak je patrné z tab. 1 a jedná se o kalibraci pro ICP-MS spektrometr s možností simultánní analýzy, proč nebyla připravena jedna kalibrační řada? Přispělo by to výrazně ke zjednodušení celého analytického postupu.
- [3] Str. 60, kap. 3.6.2–3.6.4: S ohledem na cíl práce, tj. vytvoření metodiky pro analýzu malých objemů vzorků by bylo též zajímavé věnovat pozornost optimalizaci přípravy vzorku s ohledem na snížení množství vzorku potřebného k mineralizaci. V reálné analytické praxi je často právě s ohledem na omezené dostupné množství vzorku nutné přizpůsobit způsob přípravy vzorku k analýze. Problémy spojené s dostupností vzorku pak zpravidla následně ústí v potřebu aplikace dostatečně citlivých metod s minimální spotřebou vzorku.

- [4] Str. 65, tab. 3: V tabulce 3 jsou uvedeny pouze parametry nastavení hmotnostního spektrometru a ani ty nejsou úplné. Chybí nastavení brány „SMARTGATE“ a zcela chybí parametry nastavení ICP.
- [5] Str. 79–81, kap. 4.3, tab. 5: Jakým způsobem byly určeny detekční limity stanovení vybraných elementů? Hodnoty detekčních limitů dosažené pro některé prvky (např. As, Cr, Ni, Zn, Ag, Se...) se mi zdají nereálné. Pro případ stanovení Ag a Ni toto tvrzení dle mého názoru dokládají i hodnoty analytických návratností prezentovaných v tabulce 5, či informace v dalším textu věnující se analýze certifikovaných referenčních materiálů. Je navíc nutné rozlišit hodnoty detekčních limitů vlastní metody a celého analytického postupu, které jsou pro vlastní analýzu klíčové a v textu schází. Jsou pak zřejmě i odpovědi na některé nezdary při aplikaci navržené metody do oblasti reálné analýzy.
- [6] Str. 81–83, kap. 4.4, tabulka 6: Pokud by byl za problém při stanovení Se v uvedeném typu CRM odpovědný izotopický iont argonu ($^{78}\text{Ar}^+$), jak je uvedeno na str. 81–82, musel by se stejný problém projevit i při analýze dalších certifikovaných referenčních materiálů a vzorků a promítl by se i do hodnoty LOD.
- [7] Str. 81–85, kap. 4.4, tab. 6–8: Přehlednější by bylo v tabulkách uvádět též míru těsnosti souhlasu mezi nalezenými a deklaroványi hodnotami koncentrací, např. pomocí návratností (R, %). Pro analyty jejichž obsah není certifikován, by bylo vhodné ověřit správnost stanovení rovněž jiným způsobem, např. pomocí analytických návratností. Vzhledem k dosaženým nejistotám analytických dat by bylo by vhodné zvážit význam počtu platných cifer při prezentování výsledků.

Předložená diplomová práce obsahuje velký objem experimentálních dat, je psána srozumitelně, po obsahové stránce je zajímavá. Výsledky získané v rámci řešení diplomové práce představují dobrý základ pro navazující studie. Jelikož Bc. Adam Pařízek splnil všechny body zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Výborně (-m).

V Pardubicích 25.5. 2014

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.

