



Posudek vedoucího diplomové práce

Název tématu: Analýza vzorků s vysokým obsahem křemíku metodou HR-CS-ET-AAS

Autor: Bc. Michaela Šafránková

Studijní obor: Analytická chemie

Diplomová práce byla věnována problematice stanovení Be ve vzorcích půd a sedimentů metodou atomové absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací s kontinuálním zdrojem záření a vysokým rozlišením (HR-CS-ET-AAS) za využití přímého dávkování suspenzí. Cílem bylo vyvinout ekologicky šetrnou, časově úspornou a ekonomicky výhodnou alternativu ke stávajícím, postupům založeným na extrakci či mineralizaci na mokré cestě. Přímé dávkování vzorků s vysokým obsahem křemičitanové matrice do elektrotermického atomizátoru (ETA) však představuje problém z hlediska schopnosti instrumentace korigovat složité strukturovaná pozadí, která jsou pozorována v důsledku molekulových absorpčních pásů SiO s jemnou rotačně vibrační strukturou. Tato spektra vznikají v elektrotermickém atomizátoru při termickém rozkladu křemičitanů. Spektrální interference SiO molekul se uplatňuje při stanovení celé řady prvků a nemůže být odstraněna pomocí komerčně nejrozšířenějšího typu korekce pozadí využívajícího deuteriové lampy, problémy se často objevují i při použití zeemanovské korekce. Konstrukce HR-CS-ET-AAS instrumentace s typickým rozlišením 2 pm umožňuje nejen studovat mechanismus vzniku a účinku výše zmiňované interference, ale nabízí zároveň možnost ji účinně odstranit. Pro tento účel byla navržena a použita matematická korekce.

V teoretické části práce se autorka věnuje problematice interference matrice v ET-AAS a možnostem jejího potlačení. Pozornost byla dále věnována přípravě vzorku k analýze, detailnímu popisu faktorů limitujících analýzu pevných vzorků a suspenzí a možnostem využití vybraných metod atomové spektrometrie pro analýzu vzorků s vysokým obsahem křemičitanů. V experimentální části byl zpracován přehled použité instrumentace, uveden seznam použitých chemikálií, analyzovaných vzorků, postup přípravy roztoků a vzorků a shrnuty optimalizované parametry měření. V kapitole výsledky a diskuze je zachycena optimalizace analytického postupu. Kromě výše uvedeného řešení eliminace spektrálních vlivů, byla pozornost soustředěna na optimalizaci postupu přípravy suspenze a parametrů měření. Vliv koncentrace glycerolu na stabilizaci suspenze, koncentrace HNO₃ jako extrakčního činidla, doby extrakce, teploty pyrolýzy, atomizace a koncentrace chemického modifikátoru byl studován za využití metod frakcionálního faktorového plánování, které umožnilo posoudit vliv sledovaných faktorů a nalézt optimální podmínky při výrazné redukci experimentálních pokusů. Přesnost a preciznost metody byla ověřena na základě analýzy dostupných certifikovaných referenčních materiálů půd a sedimentů a pomocí referenční metody ICP-MS. V závěru práce jsou shrnuty dosažené výsledky a uvedeny základní charakteristiky navržené metody.

Po formální stránce je diplomová práce psána přehledně a srozumitelně. Diplomantka prokázala experimentální zručnost, přistupovala k řešení všech dílčích úkolů diplomové práce zodpovědně. Výsledky získané v rámci řešení diplomové práce přinášejí v dané oblasti zcela nové poznatky a mají potenciál na uveřejnění v renomované odborné literatuře. Očekávat lze rovněž úspěšné zavedení navržené metody do rutinní analytické praxe.

Jelikož Bc. Michaela Šafránková splnila zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Výborně (-m).

V Pardubicích 25. 5. 2015

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.