



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Vypovídající schopnost multielementární analýzy lidských vlasů a zvířecích srstí

Autor: Bc. Tereza Lexová

Studijní obor: Bioanalytik

Diplomová práce je věnována problematice multielementární analýzy lidských vlasů a koňských žíní metodami optické emisní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu (ICP-OES) a hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu na spektrometru s průletovým analyzátozem s ortogonální akcelerací iontů (oTOF-ICP-MS).

Literární část práce mapuje současný stav problematiky prvkové analýzy vlasů a srstí v souvislosti s potřebami reálné praxe a dokazuje, že dané téma je ve vědeckém i komerčním sektoru stále aktuální. Experimentální část práce uvádí přehled použité instrumentace, seznam použitých chemikálií, analyzovaných vzorků, postup přípravy vzorků a optimalizované parametry měření. V kapitole výsledky a diskuze jsou zachyceny optimalizace vyvíjených postupů. Provedena byla optimalizace mikrovlnného rozkladu a základních parametrů nastavení ICP-OES a oTOF-ICP-MS s cílem dosáhnout maximální detekční schopnosti a citlivosti navržené metody. Hlavní pozornost byla věnována navržení vhodného postupu povrchového čištění srstí pro správné stanovení exogenních a endogenních prvků. Součástí studie je i tzv. kontaminační experiment, umožňující vyhodnocení dopadů externí kontaminace a účinnosti pracích metod při jejím odstranění. Určeny byly analytické charakteristiky navržené metody. Správnost stanovení 18 prvků (Al, Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Si, Sr, Ti, As, Cd, Pb a Zn) byla ověřena na základě analýzy certifikovaného referenčního materiálu lidských vlasů (Human hair powder GBW07601). V závěru práce jsou shrnuty dosažené výsledky a uvedeny možnosti využití navržených postupů pro potřeby rutinní analytické praxe.

K práci mám zejména následující připomínky:

- [1] Str. 33–34: Uvedené principy analytických metod používaných pro prvkovou analýzu jsou podle mého názoru obecně známé a jejich uvádění zde je nadbytečné.
- [2] Kapitola 2, „Experimentální část“: V některých případech nejsou popisy použité instrumentace a analytického postupu dostatečné. Pro mikrovlnný systém Speedwave MWS-2 schází údaj týkající se maximálního výkonu mikrovlnného generátoru, podobně jako informace týkající se počtu nádob, které byly simultánně použity pro rozklad, doby nárůstu jednotlivých kroků na finální teplotu, či nastavení parametrů brány „smart gate“ pro oTOF-ICP-MS. Dále není uveden typ zmlžovače a mlžné komory, včetně informace týkající se nastavení její teploty, apod.
- [3] Str. 54 a dále v textu: Namísto termínu interní standard by měl být použit termín porovnávací prvek. Z praktických důvodů je pak lépe uvádět údaj týkající se finální

koncentrace porovnávacích prvků ve vzorku než hodnoty dávkovaných objemů příslušných zásobních roztoků.

- [4] Str. 60, kap. 2.7 „ICP-MS analýza“: Proč bylo při vlastní analýze metodou oTOF-ICP-MS použito pouze 3 opakování? Použití vyššího počtu bezprostředně po sobě následujících analýz by jistě do značné míry kompenzovalo problémy spojené s nestabilitou přístroje a fluktuací signálu.
- [5] Str. 62, tabulka 13: Hodnota stanovení Na v certifikovaném referenčním materiálu (CRM) GBW07601, určená pomocí navržené metody, není v souladu s deklarovanou hodnotou. Nalezená hodnota nespadá do intervalu spolehlivosti daného výrobcem CRM. Podobný problém se týká i stanovení Si či Zn. Pro analyty, jejichž obsah není certifikován, by bylo vhodné ověřit správnost stanovení též jiným způsobem, např. pomocí analytické návratnosti či jiné analytické metody. Pro data uvedená v tabulce 13 by bylo vhodné uvést též hodnoty návratností, vyjadřující míru souhlasu mezi nalezenou a deklarovanou koncentrací. V tabulce by dále měly být uvedeny namísto hodnot směrodatných odchylek údaje rozšířených nejistot. Rozšířené nejistoty jednotlivých stanovení bývají stanoveny jako součin směrodatné odchylky opakovatelnosti a koeficientu rozšíření ($k = 2$), což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí 95 %. V tabulce by měl být rovněž uveden počet měření, kterým přísluší střední hodnota a uvedená nejistota. Pro výsledky prezentované v tabulce 13 by bylo vhodné namísto jednotek $\mu\text{g g}^{-1}$ uvádět mg kg^{-1} .
- [6] Str. 68–72, kap. 3.3.2 „Hodnocení pracích metod podle výsledků prvkové analýzy“ a str. 73–81, kap. 3.4 „Hodnocení kontaminačních postupů“: Pro určení významnosti mezi jednotlivými postupy by bylo vhodné použít některé ze statistických metod, např. analýzy rozptylu. Podobná analýza by umožnila elegantním způsobem, numericky i graficky, definovat statisticky významné rozdíly na jednotlivých hladinách a vyvarovat se do jisté míry subjektivním hodnocením. Analýza rozptylu by rovněž přispěla k redukci objemu textu a lepší orientaci čtenáře. Pro data uvedená v grafech 1–6 nejsou uvedeny nejistoty jednotlivých odhadů. Podobný problém se týká i dat uvedených v grafech 7–9.
- [7] Str. 82, kap. 3.5 „Hodnocení experimentu“: S ohledem na posuzování variability materiálu by bylo zajímavé posoudit též vliv navážky vzorku na výsledky stanovení jednotlivých elementů.
- [8] Jednou z hlavních výhod oTOF-ICP-MS instrumentace je možnost simultánní multi-prvkové analýzy. Proč byla metoda využita pouze pro stanovení As, Pb a Cd?

Závěrem je možné konstatovat, že předložená diplomová práce je po obsahové stránce zajímavá a uvedené připomínky nijak zásadně nesnižují její kvalitu. Jelikož Bc. Tereza Lexová splnila všechny body zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Velmi dobře.



V Pardubicích 25. 5. 2017

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.