



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Možnosti stanovení jódu v látkách používaných pro medicínské účely

Autor: Bc. Kateřina Klausová

Studijní obor: Ochrana životního prostředí

Předložená diplomová práce byla věnována problematice stanovení celkového obsahu jódu metodou hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu na spektrometru s průletovým analyzátozem s ortogonální akcelerací iontů (oTOF-ICP-MS) a ověření navrženého postupu pro analýzu vzorků spojených s šířením jodových kontrastních látek ve vybraných vzorcích životního prostředí. Jelikož jsou výskyt a ekotoxikologické účinky jodových kontrastních látek ve vodním systému jedním z problémů v chemii životního prostředí, je dané téma aktuální ve vědeckém i komerčním sektoru.

Práce má obvyklé členění na úvod, teoretickou část, experimentální část, výsledky s diskusí a závěr. Teoretická část práce podává přehled současného stavu analytických metod pro potřeby stanovení celkového obsahu jódu a jeho jednotlivých forem, pozornost je rovněž zaměřena na kontrastní látky na bázi jódu, jejich vlastnosti, osud v životním prostředí a možnosti jejich odstranění. 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 oTOF-ICP-MS s cílem dosáhnout maximální detekční schopnosti a citlivosti navržené metody. Pozornost byla věnována volbě porovnávacího prvku, studiu paměťových efektů a účinnosti aktivního uhlí, biomasy řasy *Chlorella kessleri* a huminových kyselin při odstranění jódu z roztoků KI, kontrastních látek, modelových i vybraných reálných vzorků. Správnost stanovení jódu byla ověřena na základě analýzy certifikovaného referenčního materiálu lidských vlasů (NCS ZC81002b). 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] Teoretická část práce je podle mého názoru rozsáhlá. Vzhledem ke značně různorodé délce kapitol se domnívám, že by přehlednosti textu prospěla redukce počtu kapitol. Práci by rovněž prospěl kritičtější pohled na literární zdroje a práci s nimi.
- [2] Kapitola 2, „Experimentální část“: V některých případech jsou popisy použité instrumentace a analytického postupu neúplné. Pro mikrovlnný systém Speedwave Xpert schází 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.
- [3] Z literatury (H.J. Reid a kol.: *Talanta* 75 (2008) 189–197., atd.) je zřejmé, že některé problémy pozorované při stanovení jódu metodou ICP-MS, mezi které patří např.

paměťové efekty, jsou výrazně omezeny v alkalickém prostředí. V reálné praxi jsou tak vzorky pro potřebu stanovení jódu extrahovány/mineralizovány silnými alkalickými činidly jako např. TMAH (tetramethylamonium hydroxid), KOH, apod. Prosím vysvětlete, proč jste pro mineralizaci vzorků zvolili HNO_3 .

- [4] Metoda ICP-MS není schopna detekovat neutrální částice, ale pouze ionty. V práci by tak měl být namísto označení ^{127}I , ^{128}Te , atd. použit zápis $^{127}\text{I}^+$, $^{128}\text{Te}^+$.
- [5] Str. 50, kap. 2.7.2.1 „Pracovní podmínky ICP-MS analýzy“: 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.
- [6] Str. 53, kap. 3.1 a další místa v textu: Výsledky stanovení jódu v certifikovaném referenčním materiálu NCS ZC 81002b by bylo vhodné namísto jednotek $\mu\text{g g}^{-1}$ uvést v mg kg^{-1} . Podobně by bylo vhodné vyjádřit výsledky analýz ve formě odhadů včetně jejich rozšířených nejistot. Rozšířené nejistoty jednotlivých stanovení bývají určeny jako součin směrodatné odchylky opakovatelnosti a koeficientu rozšíření ($k = 2$), což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí 95 %. V tabulkách prezentujících výsledky analýz by měl být rovněž uveden počet měření, kterým přísluší střední hodnota a odpovídající nejistota odhadu výsledku.
- [7] Pro posouzení významnosti jednotlivých postupů, např. pro hodnocení účinnosti odstranění testovaných kontrastních látek, či jodidu draselného z roztoků, by bylo patřičné použít některé ze statistických metod. Pro tento účel se jeví jako vhodná např. analýza rozptylu, která by umožnila elegantním způsobem, numericky i graficky, detekovat statisticky významné rozdíly na jednotlivých hladinách a vyvarovat se do jisté míry subjektivních hodnocení. Analýza rozptylu by rovněž přispěla k redukci objemu textu a lepší orientaci čtenáře. Pro data uvedená v obrázcích 2–4 nejsou prezentovány nejistoty jednotlivých odhadů.
- [8] Jelikož bylo cílem práce navrhnout vhodný analytický postup pro stanovení jódu, bylo by přínosem v textu rovněž provést srovnání navržené metody s dříve publikovanými přístupy, a to zejména z hlediska dosažené detekční schopnosti, citlivosti, interference matrice, přípravy vzorku k analýze, apod.

Konstatuji, že předložená diplomová práce splňuje i při uvedených výhradách obsahové i formální nároky kladené na závěrečné práce a doporučuji ji k obhajobě s hodnocením: **B**

