

Oponent: Ing. Anna Krejčová, Ph.D.

Ústav environmentálního a chemického inženýrství, Univerzita Pardubice,

Studentská 573, 532 10 Pardubice

### **Posudek diplomové práce Bc. Lucie Pilařové**

#### **„Problematika multiprvkové analýzy potravinových vzorků metodou hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu a průletovým analyzátozem s ortogonální akcelerací iontů“**

Diplomová práce je zaměřena na multielementární analýzu vzorků potravin pomocí ortogonální „time of flight“ hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem, zejména na projevy a odstranění spektrálních a nespektrálních interferencí pocházejících z matrice analyzovaného vzorku.

Teoretická část práce je věnována jednak popisu teoretického základu ICP-MS, jednak problematice interferencí v ICP-MS, zejména spektrálních, a možnostem jejich odstranění. Na modelových vzorcích byla provedena studie vlivu spektrálních interferencí pocházejících z matrice vzorku projevujících se v ICP-MS, byl podán návrh možných korigujících matematických postupů a korekcí na základě chemických reakcí. Postupy byly prakticky ověřeny analýzou referenčních materiálů

Práce obsahuje kvalitně zpracovanou literární rešerši přehledně shrnutou ve formě tabulek. Výsledková část je logicky členěna a doplněna názornou grafickou přílohou. Z velkého množství experimentálních dat je vybráno to podstatné, komentáře výsledků a závěry jsou jasné.

K práci mám tyto připomínky:

1. V práci se vyskytují drobné chyby v interpunkci, které ovšem nijak nesnižují její kvalitu. Větší péče mohla být věnována popiskám schématu ICP-MS (obr. 3, str. 51), které jsou prakticky nečitelné, stejně tak jednotnému vzhledu tabulek. V práci jsou odkazy na jiné tabulky, než vyplývá z kontextu (např. str. 30, 4. řádek odspoda - odkaz na tab. 7 místo tab. 8). Výsledky nejsou uváděny v jednotném formátu (rozdílné počty platných cifer).
2. V tab. 6, která uvádí přehled komerčně dostupných CRM, by bylo vhodné uvést kromě certifikovaných obsahů a jejich nejistot i necertifikované hodnoty i další doplňující údaje - výrobce, hmotnost balení a cenu, které významně ovlivňují výběr pro praktické použití.

3. V experimentální části chybí popis přípravy modelových vzorků, tedy údaj o tom, jaká byla koncentrace sledovaných analytů (nikoliv interferentů, to je jasně popsáno).
4. Mezi zmiňovanými interferenty je uhlík, který je významnou součástí matrice vzorků potravin. Byl brán v potaz obsah zbytkového uhlíku po mikrovlnné mineralizaci?
5. V grafech, kde jsou prezentovány vlivy matrice, by podle mého názoru bylo vhodnější uvádět relativní hodnoty, tzn. vztáhnout nalezenou koncentraci analytu k „teoretické“ koncentraci v modelovém roztoku. Lépe pak lze vzhledem k „relativní“ y-ové ose porovnat návratnosti i vložit více grafů.
6. Chybí porovnání účinnosti matematické korekce spektrálních interferencí a „chemické“ korekce reakcí s „modifikátorem“. Přídavek jakéhokoliv činidla z jakéhokoliv důvodu může být zdrojem kontaminace vzorku, je zvyšována i salinita vzorku. Navíc je to časově a zejména při stopové analýze i finančně náročné, neboť je nutné použít velmi čisté, drahé chemikálie. Přídavek organických kyselin jako „modifikátoru“ může být zdrojem přítomnosti dalších polyatomických částic v ionizovaném vzorku, tudíž i spektrálních interferencí. Matematické korekce se z tohoto úhlu pohledu zdají být vhodnějším řešením.
7. V kapitole 4.4 „Ověření přesnosti a správnosti vypracované metodiky“ jsou uvedeny výsledky analýzy referenčních materiálů. Některé z prvků v těchto materiálech (např. Mg, Ca, Fe, Mn, Cu, Zn v GBW 08503) lze analyzovat pomocí dostupné ICP OES, která má vyhovující detekční limity a zdaleka neklade takové nároky na vlastní analýzu i z hlediska spektrálních interferencí i náročnosti přípravy vzorku vzhledem ke kontaminacím, salinitě roztoků apod. Zajímavé by bylo srovnání ICP-OES a ICP-MS analýzy i z tohoto pohledu.
8. Uváděné experimentální izotopické poměry (tabulky 19, 21, 23, 25 a 27) by bylo vhodné porovnat i s teoretickou hodnotou.
9. Z práce jednoznačně neplyne, zda byly využity testované postupy pro korekci spektrálních interferencí a které analyty ve kterých CRM jsou ve shodě s certifikovanými hodnotami a Pro posouzení shody nalezené a certifikované hodnoty (tudíž i návaznosti výsledku na základní jednotku SI) lze použít např.  $E_n$  skóre či Studentův  $t$ -test.
10. Je třeba také uvést na pravou míru závěrečné tvrzení ze str. 89. Uvedené relativní směrodatné odchylky jsou opakovatelností pouze analytické koncovky a nevypovídají o shodnosti celého analytického postupu včetně přípravy vzorku. Navíc není respektována v současné době platná terminologická úprava daná normou ČSN ISO 5725, která vymezuje základní zásady hodnocení přesnosti metod a výsledků a platné názvosloví statistických pojmů včetně zkratk.

Vzhledem k obsahu práce a k minimálnímu množství nedostatků mohu konstatovat, že Bc. Lucie Pilařová splnila úkoly vyplývající ze zadání diplomové práce. Doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou

**V ý b o r n ě - m**

Pardubicích, 28. května 2010

Ing. Anna Krejčová, Ph.D

