



Posudek oponenta diplomové práce

Název práce: Využití optické emisní a hmotnostní spektrometrie v prvkové analýze koňských žíní.

Autor: Bc. Aneta Pátková

Studijní obor: Analýza biologických materiálů

Diplomová práce byla zaměřena na problematiku multiprvkové analýzy 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 byla věnována problematice prvkové analýzy lidských vlasů, koňských žíní a zvířecích srstí a jejího významu při posuzování zdravotního stavu organismu, environmentálních vlivů atd., a to jak z hlediska aktuálního, tak retrospektivního. 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. Navržen byl vhodný postup povrchového čištění a mikrovlnné mineralizace uvedených typů vzorků pro správné stanovení exogenních a endogenních prvků. Optimalizovány byly parametry nastavení ICP-OES a oTOF-ICP-MS spektrometru s cílem dosáhnout maximální detekční schopnosti a citlivosti navržené metody. Pozornost byla rovněž věnována studiu a eliminaci spektrálních a nespektrálních interferencí uplatňujících se při analýze uvedených typů vzorků. Určeny byly analytické charakteristiky metody. Správnost a přesnost stanovení byla ověřena na základě analýzy certifikovaného referenčního materiálu (CRM) lidských vlasů (NCS ZC81002b). Metoda byla použita pro stanovení 14 prvků (Al, Ba, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Na, P, S, Si, Sr, Ti, Zn) metodou ICP-OES a 36 prvků (As, Au, B, Be, Cd, Ce, Co, Cr, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Ge, Ho, La, Li, Lu, Nd, Ni, Pb, Pd, Pr, Pt, Rb, Sb, Sc, Sm, Ta, Tb, Te, Tm, U, V, Y, Yb) pomocí ICP-MS ve 100 vzorcích koňských žíní. Stanovení K bylo dodatečně provedeno pomocí atomové absorpční spektrometrie s atomizací v plameni. Získaná data byla zpracována pomocí vybraných metod vícerozměrné statistické analýzy s cílem posouzení souvislostí mezi prvkovým složením žíní, zdravotním stavem, způsobem výživy a ustájením koní. V závěru práce jsou shrnuty dosažené výsledky.

K práci mám zejména následující připomínky:

- [1] Str. 32, kap. 3.1.3: Popis některých komponent atomového absorpčního spektrometru GBC SensAA není v souladu se skutečností. Např. spektrometr je vybaven monochromátorem Ebertovým (tzv. Ebert-Fastie), nikoli typem Czerny-Turner, apod.
- [2] Str. 36, kap. 3.4.2: Z jakého důvodu bylo přidáváno ke kalibračním standardům pro ICP-OES připraveným do 100mL odměrných baněk 14 mL koncentrované HNO₃? Běžně bývá množství kyseliny přidávané pro stabilizaci roztoků přibližně 10x nižší.
- [3] Str. 37, kap. 3.4.3: Bylo by vhodné konkrétně uvést pro stanovení jakých prvků bylo použito Rh jako porovnávací prvek a pro které pak In. Koncentrace 5 μg L⁻¹ Rh je s největší pravděpodobností např. pro stanovení prvků vzácných zemin příliš vysoká.

- [4] Str. 38, kap. 3.5: Popis pracovního postupu je nejasný. Co přesně značí termín „prací roztok? Z tabulky VIII je zřejmé, že prací postup byl složen z jednotlivých kroků využívajících různých činidel. Z textu vyplývá, že zahájení praní bylo spojeno s užitím ultrazvuku, z tabulky VIII tento fakt není zřejmý.
- [5] Str. 53, kap. 4.3.3, tabulka XV: Stanovení některých prvků (Al, Mg, Fe, Ca) nebylo v souladu s hodnotami deklarovanými výrobcem CRM. Co bylo hlavní příčinou? Není zřejmé, jakým způsobem byly vyhodnoceny standardní nejistoty jednotlivých výsledků. Přehlednější by bylo v tabulce uvést též míru těsnosti souhlasu mezi nalezenými a deklarovanými hodnotami, např. pomocí návratností (R, %). V tabulce by měl být rovněž uveden počet měření, kterým přísluší střední hodnota a uvedená nejistota.
- [6] Str. 56, kap. 4.4.3: Spektrální interference jsou způsobeny polyatomickými nikoli polynomickými ionty. Pro případ použití izotopů, u nichž se projevuje monoizotopická interference je zapotřebí uvést též rovnici matematické korekce, či diskutovat praktický vliv dané interference při reálné analýze. Jedná se např. o stanovení niklu na hmotě 58 (interference $^{58}\text{Fe}^+$ 0.28 %), kadmia na hmotě 114 (interference ^{114}Sn 0.65 %), chrómu na hmotě 50 (interference $^{50}\text{V}^+$ 0.25 % a $^{50}\text{Ti}^+$ 5.40 %), apod. Z hlediska stanovení Sc lze v případě analýzy vzorků s vysokým obsahem organické matrice očekávat spektrální interferenci od polyatomických sloučenin typu C-O-O-H s pravděpodobností výskytu přibližně 98 %.
- [7] Str. 58, kap. 4.4.4: Pro analyty jejichž obsah není certifikován, by bylo vhodné ověřit správnost stanovení též jiným způsobem, např. pomocí analytických návratností.
- [8] Str. 59–63, kap. 4.6 a dále tabulka XXI–XXIII: Z naměřených dat je zřejmý značný rozptyl výsledků. Jakým způsobem byly vyhodnoceny směrodatné odchylky, eventuelně standardní nejistoty výsledků, které v některých případech významně převyšují hodnotu odhadu vlastního výsledku?
- [9] Str. 64–68, kapitola 4.6: Hlavní příčinou obtíží při klasifikační analýze není s největší pravděpodobností příliš vysoký počet klasifikovaných objektů. Důvodem může být příliš vysoký počet znaků anebo jejich nevhodná volba. Tuto skutečnost však lze obtížně indikovat jelikož není k dispozici tabulka zdrojových dat použitá pro vlastní analýzu. Nicméně na základě grafu komponentních vah (obrázek 10) je zřejmá vysoká korelace mezi jednotlivými proměnnými. Z dalších grafických výstupů je rovněž patrná přítomnost vybočujících objektů. Redukce redundantních proměnných, podobně jako odstranění vybočujících bodů může vést k rozkrytí vnitřní struktury dat a tedy k výrazně lepší klasifikaci objektů.
- [10] Str. 71–74: Není dodržena jednotná forma citovaných prací.

Předložená diplomová práce obsahuje velký objem experimentálních dat, je psána srozumitelně, po obsahové stránce je zajímavá a uvedené připomínky nijak zásadně nesnižují její kvalitu. Jelikož Bc. Aneta Pátková splnila všechny body zadání své diplomové práce, doporučuji práci k obhajobě a hodnotím ji známkou:

Výborně (-m).

Ing. Lenka Husáková, Ph.D.