

## Posudek dizertační práce Ing. Jana Patočky

Dizertační práce Ing. Jana Patočky „Využití ICP-MS ve spojení s ETV v analýze vzorků životního prostředí“ je zaměřena na spojení technik ETV s ICP-MS, studium účinnosti transportu analytu z ETV při použití různých modifikátorů a využití pro analýzu reálného vzorku. Výsledky jsou součástí dvou publikací v impaktovaných časopisech (Analytical Methods a Talanta) a jedné publikace v neimpaktovaném.

V teoretické části se autor zaměřil nejdříve na popis ICP-MS. Tento popis je velmi detailní a může sloužit jako dobrý přehled různých typů hmotnostních analyzátorů využívaných ve spojení s ICP (kvadrupól, TOF, sektorové i s Fourierovou transformací). Následující kapitola řeší problematiku dávkování malých vzorků. Autor se zde věnuje jak zmlžování malých objemů, tak i dávkování vzorků pomocí laserové ablace jako konkurenčních metod ETV. Třetí, a největší, kapitola je věnována samotné technice ETV. Zde autor rozebírá jak samotnou instrumentaci, tak i optimalizace podmínek a účinnost transportu a využitelnost ETV-ICP-MS v praxi. Celá teoretická část je velmi rozsáhlá a zestručnění by prospělo její přehlednosti. Vzhledem k tomu, že v práci ale nejsou řešeny různé konstrukce hmotnostních analyzátorů ve spojení s ETV, měla být tato kapitola výrazně kratší. V části věnující se konkurenčním technikám mi chybí tabulka, ze které by vyplývaly výhody a nevýhody jednotlivých technik, včetně ETV a jejich analytické charakteristiky. Třetí kapitola je velmi podrobnou rešerší vztahující se k technice ETV-ICP-MS. Přestože je teoretická část velmi rozsáhlá obsahuje minimum pravopisných chyb i překlepů. Autor se ovšem nevyvaroval nepřesných termínů nebo formulací, jak jsou: plazmový hořák – lépe plazmová hlavice, analytický výkon – raději analytické charakteristiky. Na str. 28: „... je potřeba pracovat s vyšším výkonem rf generátoru okolo 1,5 kW...“. Příkon do plazmatu je standardně kolem 1,5 kW. Na str. 42 autor píše, že „Tato technika (ETV) vyniká... schopností provedení kvantitativní analýzy ve srovnání... jakou jsou LA, GD a jiskrový výboj“. Pokud je mi známo, tak GD i LA jsou metody umožňující kvantitativní analýzu. Dále na této straně autor píše: „Co se týče detekce vypařeného analytu, tak ve spojení s ICP-MS předčí AAS a ICP-OES ve schopnosti multiprvkové analýzy,... a v dosahovaných detekčních limitech,...“. Toto je ovšem obecná vlastnost ICP-MS ve srovnání s AAS i ICP-OES. Ještě bych upozornil na termín transientní signál. Český ekvivalent je přechodový signál, ne přechodný.

V experimentální části autor popisuje použité chemikálie a přístroje. K této kapitole nemám žádných připomínek.

Následuje kapitola nazvaná Plnění cílů disertační práce, ve které se autor věnuje třem dílčím cílům – srovnání analytických parametrů ETV-ICP-MS s dalšími spektrálními technikami pro stanovení TI ve smrkovém jehličí; transportní účinnosti analytu v ETV-ICP-MS a shrnutí uživatelských zkušeností s ETV-ICP-MS.

Pro stanovení TI v jehličí byly použity 4 různé metody – ICP-MS, ETV-ICP-MS, GFAAS a ETV-ICP-MS pro suspenze. Experiment je sestaven logicky a autor porovnává metody z několika hledisek (náročnost přípravy vzorku, optimalizace metod, analytických charakteristik). Největší rozdíl mezi metodami je v jejich časové náročnosti na analýzu a odborných zkušeností s metodami. Z pohledu dosažených LOD byla nejlepší metoda ETV-ICP-MS.

V části věnované účinnosti transportu analytu v ETV-ICP-MS je studován vliv modifikátoru matrice, kterým jsou jednak směs Pd a kyseliny citronové (CA) (v různých poměrech) a také uhlíkové mikročástice. Při použití CA nebylo nalezeno její optimální množství z důvodu negativního vlivu na stabilitu plazmatu. Uhlíkové mikročástice byly charakterizovány z hlediska jejich velikosti jak před jejich aplikování v ETV tak i po skončení teplotního procesu. Po nalezení optimálních podmínek byly

určeny analytické charakteristiky této metody. Bylo zjištěno, že uhlíkové mikročástice mohou být využívány jako modifikátor. Navíc zlepšují stabilitu signálu ICP-MS.

Třetí dílčí úkol je věnován popisu autorových zkušeností se sestavou ETV-ICP-MS, kterou mají na pracovišti. Autor se zaměřuje zejména na ovládací program a konstrukci ETV. U té autor spatřuje největší nedostatek v absenci přepínacího ventilu, což vede k zanášení ICP-MS pyrolyzními produkty z ETV.

Prezentované výsledky svědčí o pečlivé přípravě experimentů i jejich provedení. Přehlednost práce bohužel zhoršuje přemíra informací v teoretické části, které s řešením samotné problematiky dizertační práce příliš nesouvisí. Autor dokázal prezentovat své výsledky, jak ve formě 3 publikací, z nichž 2 jsou v impaktovaných časopisech, tak i formou přednášek a plakátových sdělení na mezinárodních a národních konferencích a seminářích.

Práce splňuje požadavky kladené na doktorskou dizertační práci a doporučuji udělení akademického titulu Ph.D.

#### **Dotazy:**

1. Z teoretické části vyplývá, že ETV je ideální dávkovací metoda bez jakýchkoliv chyb a omezení. Proč tedy není v praxi tolik používána?
2. Při porovnání analytických charakteristik v tabulce 3 na straně 71 jsou instrumentální LOD pro ICP-MS, ETV-ICP-MS pro suspenze a ETV-ICP-MS řádově stejné, ale u LOD postupu je již řádový rozdíl. Můžete mi vysvětlit, čím je tento rozdíl způsoben?
3. V rámci dílčího úkolu 3 popisujete nedostatky systém ETV-ICP-MS, který máte na pracovišti. Jsou tyto popisované nedostatky i nějak řešeny prakticky?
4. Co je principem zvýšení ICP-MS signálu při použití uhlíkových mikročástic? Dlouhodobé použití uhlíkových mikročástic vede ke zvýšení stability signálu. Jak to ale vypadá s intenzitou signálu?

V Brně dne 19.8 2019

Mgr. Tomáš Vaculovič, Ph.D.

