

OPONENTSKÝ POSUDEK

Autor práce: Bc. Věra Szkanderová

Studijní obor: Analytická chemie, PřF UP Olomouc

Název práce: Vývoj postupu pro stanovení vybraných kovů v klinických vzorcích pomocí ICP-MS

Vedoucí diplomové práce: doc. David Milde, Ph.D.

Oponent: Mgr. Radka Pechancová

Diplomová práce Bc. Věry Szkanderové je zaměřena na vývoj postupu pro kvantitativní stanovení vybraných kovů v klinických vzorcích pomocí hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem. Práce má celkem 73 stran a je dělena do obvyklých kapitol (úvod, teoretická část, experimentální část, výsledky a diskuse, závěr a literatura). Navíc je doplněna 16 obrázky, 22 tabulkami a 5 přílohami. V předposlední kapitole autorka cituje 55 zdrojů, které při tvorbě své práce použila.

Teoretická část se skládá z 39 stran a je přehledně rozdělena do 4 podkapitol. Autorka zde popisuje uspořádání a principy ICP-MS, a to nejčastěji používané zmlžovače a mlžné komory, interface, typy hmotnostních analyzátorů a detektorů. Větší pozornost je dále věnována spektrálním a nespektrálním interferencím a jejich řešení. Následně se autorka vzhledem k tématu věnuje i rozkladu biologických vzorků. Poslední kapitola je zaměřena na výskyt kovů v biologických či klinických vzorcích a zejména pak na literární přehled o aplikaci ICP-MS na tento typ vzorků. Tuto část hodnotí oponent jako zdařilou, avšak v některých kapitolách se vyskytují stylistické nedostatky, které vznikly pravděpodobně překladem z anglického jazyka a bohužel tak snižují čtivost celého textu.

Experimentální část se zabývá vývojem a validací postupu pro stanovení 16 kovů v krvi za použití dvou technik, konkrétně ORS-ICP-MS a ICP-oe-TOF-MS. V této kapitole jsou přehledně uvedeny všechny použité chemikálie, přístroje, pomůcky, analyzované certifikované referenční materiály a reálné vzorky krve s detailním popisem postupu pro jejich zpracování k analýze. Validace u obou přístrojů byla zaměřena na stanovení pravdivosti, preciznosti, limitu detekce, limitu kvantifikace a linearity. Nakonec byl

zvalidovaný postup aplikován na analýzu 15 vzorků krve získaných od pracovníků z Třineckých železáren a 15 kontrolních vzorků od dobrovolníků nepracujících v tomto podniku. Bohužel tyto vzorky byly zanalyzovány pouze pomocí ORS-ICP-MS. Analýza za využití ICP-*oa*-TOF-MS nemohla být realizována z důvodu závady na přístroji. Získané průměrné hodnoty pro obě skupiny vzorků stejně jako výsledky z validace jsou shrnuty v kapitole Výsledky a diskuse. Naměřená data a detailní informace o vzorcích jsou k dispozici ve formě příloh.

Z celé práce je zřejmé, že autorka získala znalosti a zejména zkušenosti z oblasti prvkové analýzy. K práci mám však několik výhrad a námětů k diskusi, které by měla autorka objasnit:

Z formálních nedostatků bych poukázala na následující:

- Z práce vyplývá, že analyzovány byly pouze vzorky krve, celý název práce je tedy diskutabilní.
- Nikde nejsou vysvětleny zkratky ORS-ICP-MS, ICP-*oa*-TOF-MS, EDTA, dále pak s.d. (Tab. XXI a XXII).
- Všechny citace v textu, respektive jejich vsazení do textu, jsou uvedeny chybně. Tečka ukončující větu následuje vždy až po závorce.
- V tabulce XVI je pouze pro Nb uvedeno, jaký izotop byl měřen, ostatní analyty jsou označeny pouze značkou.
- U obrázku 12 a 13 není jasné, k jaké kalibrační křivce patří rovnice kalibračních křivek.

K práci mám následující dotazy:

- Tabulka VIII shrnuje použité integrační časy a měřicí mód zvolený pro jednotlivé izotopy. V případě Al a W byl jako měřicí mód podle tabulky zvolen No Gas, avšak v textu (str. 45) popisujete použití No Gas módu pouze pro Al. Upřesněte, prosím, pro jaké prvky byl No Gas mód použit a proč.
- V tabulce X uvádíte zvolené interní standardy, na které byl signál analytů korigován. Můžete prosím vysvětlit, na základě čeho jste přidělila IS k měřeným izotopům? (konkrétně by mě zajímala volba In pro Al nebo Tb pro Pb)
- Tabulka XI a tabulka XIX shrnují korelační koeficienty získané během testování linearity pro 16 vybraných kovů v krvi. Tabulka ale obsahuje hodnoty R^2 z rovnic

kalibračních křivek. Odpovídají dané hodnoty opravdu korelačnímu koeficientu nebo se jedná o koeficient determinace?

- Na str. 62 diskutujete naměřené výsledky pro Hg a srovnáváte je s hodnotami HBM I a HBM II. Jako hodnotu HBM I uvádíte $5 \mu\text{g l}^{-1}$, avšak v tabulce IV (str. 35) je jako HBM I pro Hg uvedena hodnota $7 \mu\text{g l}^{-1}$ a to pouze pro moč. Jaké hodnoty HBM I a HBM II pro krev jsou tedy správné?
- Tabulka XXI, příloha č. 2 a č. 3 obsahují i hodnoty, které jsou nižší než získané limity kvantifikace pro některé analyty (např. pro ^{27}Al , ^{51}V , ^{59}Co , ...). Můžete objasnit, jak jste tyto hodnoty zkvantifikovala?
- V části Výsledky a diskuse nikde neuvádíte porovnání 2 replik vzorků krve, které bylo realizováno. Můžete uvést, v jakém rozmezí se pohybovala hodnota relativní odchylky mezi 2 měřeními Dr?

V diskusi bych autorku ráda požádala o zodpovězení následujících otázek:

- V části Výsledky a diskuse (str. 57) zmiňujete možný vliv interferencí na výtěžnost měřených analytů v použitých certifikovaných referenčních materiálech. Zkoušela jste optimalizovat experimentální podmínky ICP-MS, abyste vliv interferencí potlačila? Pokud ne, jaký parametr by tento jev mohl ovlivnit?
- V závěru diskutujete možnost studia speciální analýzy konkrétních kovů. Které kovy by byly na tuto analýzu vhodné a jaké instrumentální techniky byste zvolila?

Celkové hodnocení

I přes dílčí výhrady považuji diplomovou práci za velmi zdařilou, a proto ji doporučuji k obhajobě na Katedře analytické chemie PřF UP v Olomouci.

Dne 4.5.2018

Mgr. Radka Pechancová