

OPONENTSKÝ POSUDEK

NA DIPLOMOVOU PRÁCI BC. MICHAELY ŽEJDÍKOVÉ

Studijní obor: analytická chemie na PřF UP v Olomouci

Název práce: *Analýza odpadních kalů pomocí ICP-MS*

Vedoucí diplomové práce: Ing. David MILDE, Ph.D.

Oponent: Mgr. Martin KUBA

Posuzovaná diplomová práce má 65 stran textu s obvyklým dělením (úvod, teoretická část, experimentální část, výsledky a diskuse, závěr a literatura), obsahuje českou a anglickou verzi souhrnu a je k ní přiložen CD-ROM s textem práce ve formátu pdf. V práci je 1 schéma, 24 tabulek, 17 obrázků a v předposlední kapitole autorka cituje 37 literárních odkazů, které při psaní své práce použila.

V teoretické části o rozsahu 38 stran autorka popisuje základní principy a uspořádání techniky ICP-MS, nejčastěji používané zmlžovače, mlžné komory, iontové zdroje a hmotnostní analyzátory, včetně principu jejich funkce. Dostatečná pozornost je věnována i popisu spektrálních a nespektrálních interferencí a způsobů jejich odstranění. Teoretická část práce obsahuje také stručnou charakteristiku půdního profilu a půdních typů, popis principu galvanického pokovení, metod rozkladu a způsobů odběru, zejména pevných vzorků. V poslední kapitole teoretické části autorka předkládá literární přehled o metodách používaných pro analýzu půd, sedimentů a odpadních kalů.

V experimentální části práce se autorka zabývá optimalizací postupu rozkladu odpadních kalů, referenčních materiálů a validací metody ICP-MS pro stanovení vybraných kovů (Cr, Mn, Ni, Cu, Cd, Pb, Al, Fe, Zn). Jsou zde přehledně uvedeny veškeré použité chemikálie, pomůcky, přístroje, vzorky, použité certifikované referenční materiály a postupy k jejich přípravě. Právě různým způsobům přípravy a rozkladu CRM a vzorků je v této diplomové práci věnována zvýšená pozornost, přičemž bylo využito následujících čtyř variant: extrakce stopových prvků podle normy ISO 11466, totální rozklad v otevřeném systému, totální rozklad v uzavřeném systému a test vyluhovatelnosti těžkých kovů podle vyhlášky MŽP č. 294/2005 Sb. Naměřená data jsou prezentována v kapitole „výsledky a diskuse“ kde jsou na 12-ti stranách uvedeny všechny výsledky analýz reálných vzorků a CRM, včetně validovaných parametrů: pravdivost, preciznost, linearita, mez detekce a stanovitelnosti. Vzorky z galvanoven byly analyzovány také pomocí techniky XPS.

Převážná část textu je psána pochopitelně, nicméně v některých podkapitolách teoretické části se nachází stylistické nedostatky, které snižují čtivost textu. Ty vznikly pravděpodobně v důsledku nadměrné snahy využít jinou větnou stavbu než je citovaný zdroj nebo neobratnosti při překladu z angličtiny. V práci se vyskytuje pouze malé množství gramatických chyb.

Z formálních nedostatků bych poukázal na následující:

- První použité schéma je v práci číslované jako Schéma I, ostatní jsou číslované jako obrázky, ačkoliv už v jejich popisu je uvedeno, že se jedná o schéma.
- Na většinu obrázků a některé tabulky není v předkládané práci uveden odkaz v textu.
- Některé kapitoly v teoretické části nejsou dostatečně citovány.

- V práci není sjednoceno psaní slova „plasma/plazma“ (s/z), obdobně i „ion/iont“ a „inductively/inductively“.
- V tabulce IX jsou použity desetinné tečky i čárky zároveň.

K práci mám následující dotazy:

- V kapitole 2.3.1 se zmiňujete o způsobu odběru vzorků, v experimentální části však postup odběru není nijak popsán. Upřesněte prosím, jakým způsobem byl prováděn odběr vzorků odpadních kalů.
- V tabulce VIII (str. 47) jsou uvedeny analyzované prvky a jejich izotopy. Prosím objasněte, na základě čeho byly zvoleny prvky k analýze a proč jste zvolila právě uvedené izotopy?
- V téže tabulce (Tab. VIII, str. 47) jsou uvedeny i interní standardy, na které byl signál analytů korigován. Můžete prosím vysvětlit, podle jakého klíče probíhalo přidělení IS k jednotlivým izotopům?
- Na str. 48 uvádíte, že kvalita výsledků byla zabezpečena pomocí certifikovaného referenčního materiálu TMDA-64.2, pro který jsou v tabulce IX uvedeny i konkrétní výsledky ze začátku a konce jednotlivých měření. Některé z těchto výsledků jsou však mimo rozmezí certifikovaných hodnot. Pokud jste zjistila, že na začátku měření nejsou všechny stanovované kovy v rozmezí certifikovaných hodnot, pokračovala jste dále v měření?
- Čím si vysvětlujete nízké výtěžnosti CRM pro některé prvky v tabulkách XI a XII (str. 50)?
- Prosím o upřesnění, jakým způsobem (vzorcem) byly počítány LOD a LOQ?
- V tabulce XVII (str. 55) jsou srovnávány koncentrace kovů v CRM METRANAL 34 po totálním rozkladu v uzavřeném a otevřeném systému. Pro všechny stanovované prvky (kromě železa) je znatelné zvýšení výtěžnosti při rozkladu v uzavřeném systému, jen u železa je při rozkladu v uzavřeném systému cca 10 x nižší koncentrace, můžete prosím vysvětlit proč?
- Na str. 56 jsou komentovány výsledky měření reálných vzorků z galvanoven pomocí ICP-MS a XPS, píšete zde (cituji): „Jak je vidět koncentrace Zn i Cr v kalech z Postřelmovu i Prostějova se relativně shodují“. Na základě čeho bylo vyhodnoceno, že se metody „relativně shodují“? Je možné při posuzování shody využít nějaký statistický test?
- Na straně 56 také uvádíte, že pomocí techniky XPS byl ve vzorcích nalezeny pouze zinek a chrom, můžete prosím krátce obecně srovnat detekční limity XPS a ICP-MS?
- V tabulce XX (str. 57) uvádíte koncentrace stanovených kovů v reálných vzorcích z galvanoven, u zinku je tato koncentrace u obou vzorků vyšší než 100 000 mg.kg⁻¹, pokud by bylo postupováno podle uvedené přípravy vzorku, byla by výsledná koncentrace v měřeném roztoku mnohonásobně vyšší, než je poslední kalibrační standard. Byly vzorky před analýzou ještě dodatečně ředěny?

I přes uvedené výhrady, předložená diplomová práce podle mého názoru odpovídá požadavkům kladeným na závěrečnou práci v navazujícím magisterském studiu a proto ji **doporučuji k obhajobě.**