

Posudek na disertační práci Mgr. Barbory Štádlkové

Atomic fluorescence spectrometry with volatile species generation - a sensitive tool for ultra-trace elemental analysis

Atomová fluorescenční spektrometrie s generováním těkavých specií – citlivý nástroj pro ultrastopovou prvkovou analýzu.

Praha 2024

Disertační práce Mgr. Barbory Štádlkové, vypracovaná ve spolupráci s pracovištěm v Ústavu analytické chemie AV ČR, rozšiřuje možnosti stanovení vybraných prvků (Bi, Cd, Ni) ve stopových, resp. ultrastopových koncentracích. Práce navazuje na vývoj spektrometrických metod hydridové techniky generování, a je zaměřena na rozšíření instrumentálních možností pro stanovení těchto prvků ve velmi nízkých koncentracích. K těmto účelům byla v předkládané práci provedena studie, prověřující použití nekomerčního nedisperzního atomového fluorescenčního spektrometru, vyvinutého na tomto pracovišti.

V úvodní části práce jsou popisovány studované metodiky pro jednotlivé prvky. Jsou zde uvedeny techniky chemického a fotochemického generování těkavých forem daných prvků s návazností na způsob jejich atomizace, a dále způsob detekce metodou atomové fluorescenční spektrometrie.

Vlastní práce je zaměřena na studie jednotlivých prvků. Pro dané prvky byly realizovány postupy zahrnující jednotlivé fáze analýzy - optimalizace optické cesty, tj. výběr typu výbojky, čočky, interferenčního filtru, atomizátoru (včetně stanovení atomizačních podmínek), použití chemických modifikátorů, vliv prostředí, průtoky plynů. Byly optimalizovány podmínky pro stanovení velmi nízkých koncentrací jednotlivých prvků a ověřovány parametry zahrnující meze detekce, opakovatelnost, správnost, poměr signál/šum. Dále byly studovány i další možné rušivé vlivy včetně matricových, a následně ověřeny způsoby jejich odstranění.

Na základě získaných poznatků byly pro studované prvky optimalizovány podmínky stanovení včetně volby vhodné vlnové délky pro detekci (stanovení antimonu). Dosažené

meze detekce se pohybovaly v koncentracích, odpovídajících řádově ultrastopovým hodnotám (ng/l). Kontrola správnosti byla ověřována stanovením jednotlivých prvků ve standardních a certifikovaných referenčních materiálech. Výsledky potvrdily kvalitu vypracovaných postupů. Na základě toho byla provedena analýza vybraných reálných vzorků různých typů vod a potravin.

Kromě vypracování a ověření metod pro stanovení ultrastopových koncentrací byla diskutována nutnost kontroly možné kontaminace vzorků z používaných chemikálií i prostředí, a naopak i případné ztráty stanovovaného prvku jeho sorpcí na stěny laboratorního nádobí apod.

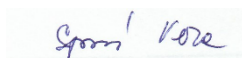
Závěrečné hodnocení:

Práce přináší nové poznatky pro možnost stanovení velmi nízkých koncentrací vizmutu, kadmia a niklu ve spojení s měřením na nově vyvinutém spektrometru v dané laboratoři. Správnost metodiky byla prokázána výsledky analýz certifikovaných referenčních materiálů. O kvalitě předkládané práce svědčí i to, že větší část dosažených výsledků již byla přijata a uveřejněna:

- v renomovaných časopisech (Journal of Analytical Atomic Spectrometry (2020) – (Bi), Microchemical Journal (2021) – (Bi), Spectrochimica Acta Part B – (Bi), Journal of Analytical Atomic Spectrometry (2023) – (Cd),
- na mezinárodních konferencích 5 přednášek (*z nichž přednáška na „Rio Symposium on Atomic Spectroscopy (2019) byla oceněna jako Best Oral Presentation*), a 2 postery.
- K práci nemám připomínky, jen postrádám případnou zmínku o pracovním prostředí laboratoře (ultrastopové analýzy - možné nebezpečí kontaminace?).

Doporučuji, aby předložená práce byla vzata jako podklad pro získání vědecké hodnosti

PhD



V Praze dne 2. 2. 2024

Ing. Věra Spěváčková, CSc