**Oponentský posudek disertační práce**

**RNDr. Jana Kratzera**

**Prekoncentrace hydridotvorných prvků v křemenných atomizátorech**

**pro atomovou absorpční spektrometrii**

RNDr. Jan Kratzer pojednává ve své disertační práci o stanovení hydridotvorných prvků atomovou absorpční spektrometrií. Ke komentáři či souhrnu této problematiky je přiložen soubor čtyř původních vědeckých prací a tří patentových přihlášek.

Protože se práce zabývá hydridotvornými prvky uvádí autor v literární části práce metody generování těkavých hydridů a dalších jiných těkavých sloučenin, zabývá se spektrometrickou detekcí takových sloučenin, včetně nejrůznějších typů atomizátorů. Převážnou část věnuje obohacovacím postupům a snaze po dosažení co nejnižší meze detekce. Práce se věnuje stanovení arsenu, antimonu, bismutu a selenu, a proto pojednává krátce o těchto prvcích a metodách stanovení, včetně zmínky o postupech stanovení vybraných forem prvků. Všechny informace uvádí v logickém sledu, takže lze získat ucelený obraz a úplný teoretický náhled do dané problematiky. Přitom jde o popis aktuálního stavu dané problematiky. Svědčí o tom citace literatury, která je rozsáhlá.

Experimentální část práce je věnována především podmínkám při záchytu analytu na křemenném povrchu a při jeho uvolnění. V této souvislosti byla provedena optimalizace parametrů, jako teplota pasti při záchytu, teplota pasti při uvolnění a složení plynné fáze. Byla určena účinnost obohacení u čtyř sledovaných prvků As, Sb, Bi a Se. V případě Bi a As byla účinnost záchytu a uvolnění kontrolována speciálními pokusy s využitím radioaktivních indikátorů. Výstupem práce je nový přístup k eliminaci ztrát analytu při záchytu založený na použití záchytu v kyslíkové atmosféře. Na základě experimentů s různým uspořádáním součástí aparatury bylo navrženo jako nejvhodnější spojení křemenné pasti a multiatomizátoru v jeden kompaktní celek. Při využití nezávislého vyhřívání pasti lze studovat záchyt i uvolnění analytu a přitom nezávisle kontrolovat podmínky atomizace. Pro stanovení Sb a Bi je možné aparaturu zjednodušit ve formě „in situ“ s obohacením přímo v optickém rameni konvenčního křemenného atomizátoru. Rozhodující je pouze složení plynné fáze. V práci jsou sledované prvky rozděleny do dvou skupin. První skupinu tvoří As a Se, druhou Sb a Bi, jejichž zachycené formy jsou teplotně stálejší. V práci je uvedena celá řada poznatků o mechanismech dějů při záchytu a uvolnění analytu, ale také cest k jejich získání. Některá měření nebyla ještě publikována. Po formální stránce je disertace zpracována přehledně a na dobré úrovni.

Jak jsem již uvedl, přílohová část zahrnuje čtyři původní vědecké práce a tři patentové přihlášky. V publikacích jsou podrobně a erudovaně rozebírány zmíněné efekty při stanovení hydridotvorných prvků s využitím obohacování. Práce jsou publikovány v prestižních časopisech z oblasti atomové spektrometrie Journal of Analytical Atomic Spectrometry a Spectrochimica Acta Part B s vysokým impakt faktorem a v prestižním analytickém časopise Analytical Bioanalytical Chemistry. Práce prošly přísným recenzním řízením a není pochyb o jejich odborné hodnotě. Předmětem patentových přihlášek je již zmíněné kompaktní zařízení a způsoby obohacení antimonu a bismutu pro jejich stanovení metodami AAS.

K práci mám některé dotazy příp. připomínky:

1. Vytknout lze snad pouze nejednotnost ve vyjádření meze detekce (uvedena též jako detekční limit) a použití výrazu peristaltická pumpa místo čerpadlo. Na str. 46 v 1. odstavci, v poslední větě chybí „byla“. Po ukončení ... byla zvýšena teplota.
2. Jakým způsobem jste zjistili průtok vodíku který vzniká rozkladem $NaBH_4$? Můžete shrnout působení kyslíku, resp. hořícího plamínku při spalování vodíku v kroku záchytu?
3. Uvádíte shodnou teplotu záchytu a uvolnění pro Sb a Bi. Jak přísně jsou ohraničeny průtoky plynů pro záchyt a uvolnění?
4. Na str. 50 a 51 u obr. 6 a 7 mi není jasné o jakou stabilitu zachyceného Se se jedná a co je míněno ztrátami. Jde o závislost účinnosti na čase.
5. Na str. 50 uvádíte, že po 60 s je dosaženo rovnovážné teploty pasti. Lze tento parametr ovlivnit a mělo by to význam?
6. Jak vysoké je pozadí při stanovení As a Se za přítomnosti kyslíku a proč se volí zrovna 5 s interval bez kyslíku? Jak velký by byl vliv změny tohoto intervalu?
7. Lze na základě studia atomizace As, Se, Sb a Bi a jejich rozdělení do dvou skupin předpovědět chování ostatních hydridotvorných prvků?
8. Na str. 55 uvádíte, že účinné uvolnění analytu při nižší teplotě naznačuje možnou cestu eliminace ztrát As a Se během vyhřívání pasti. Můžete ji rozvést?

Uvedené připomínky příp. dotazy nesnižují úroveň předložené disertace. V práci jsou řešeny aktuální problémy spojené s využitím křemenného povrchu pro obohacování a atomizaci hydridotvorných prvků. Zvolené metody studia jsou na současné vědecké úrovni. Disertace splnila stanovený cíl a autorovým přínosem je řada nových původních poznatků.

Předložená disertační práce RNDr. Jana Kratzera „Prekoncentrace hydridotvorných prvků v křemenných atomizátorech pro atomovou absorpční spektrometrii“ splňuje požadavky § 47 zákona o vysokých školách č.111/1998 Sb., a proto doporučuji, aby byla přijata k obhajobě jako podklad pro udělení akademického titulu Ph.D.

V Brně dne 15.9.2008.

Prof. RNDr. Josef Komárek, DrSc.
Ústav chemie
Přírodovědecká fakulta
Masarykova univerzita
Kotlářská 2
611 37 Brno