

Správná laboratorní praxe v chemické laboratoři

Příprava k analýze

Ing. Branislav Vrana, PhD.
vrana@recetox.muni.cz

Příprava k analýze

- identifikace faktorů, které je třeba zvážit při výběru metody analýzy
- kde hledat vhodné metody
- identifikace příčin nevyhovujících výsledků
- validace analytických metod

Faktory rozhodující o výběru postupu

5. **Specifičnost** - specificity

- míra, do níž se navzájem ovlivňují analyt a ostatní přítomné látky přítomné v matrici nebo z ní extrahované
- schopnost metody stanovit přesně a konkrétně analyt v přítomnosti jiných složek v matrice vzorku za stanovených podmínek zkoušky



Specificita = 100% selektivita

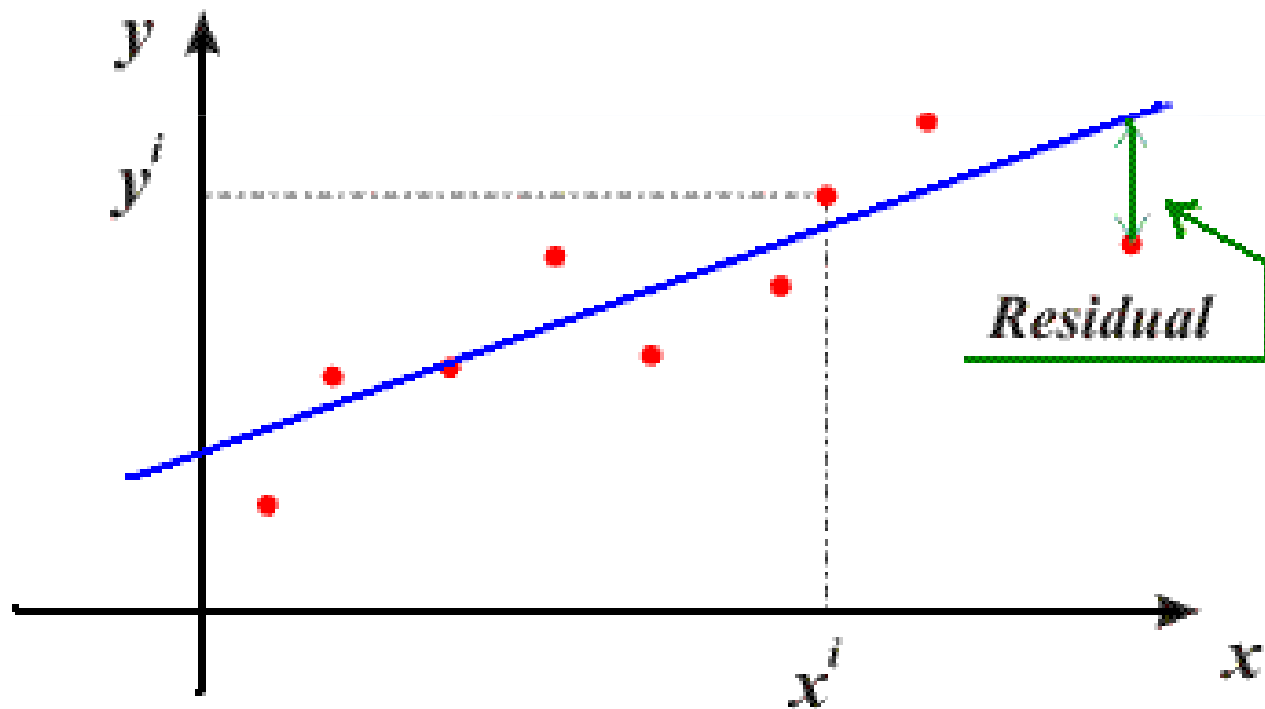
Nedá se vyjádřit, musí se demonstrovat, napr.

- *% správné klasifikace*
- *schopnost diskriminace příbuzných látek*

Faktory rozhodující o výběru postupu

6. Linearita - linearity

- schopnost metody získat výsledek testu úměrný koncentraci analytu (v pracovním rozsahu koncentrací)



Faktory rozhodující o výběru postupu

7. **Robustnost** - ruggedness/robustness

- Míra kapacity analytického postupu zůstat neovlivněna malými, úmyslnými změnami parametrů metody – demonstruje spolehlivost metody při běžném použití
- *Míra, do níž lze postup modifikovat*

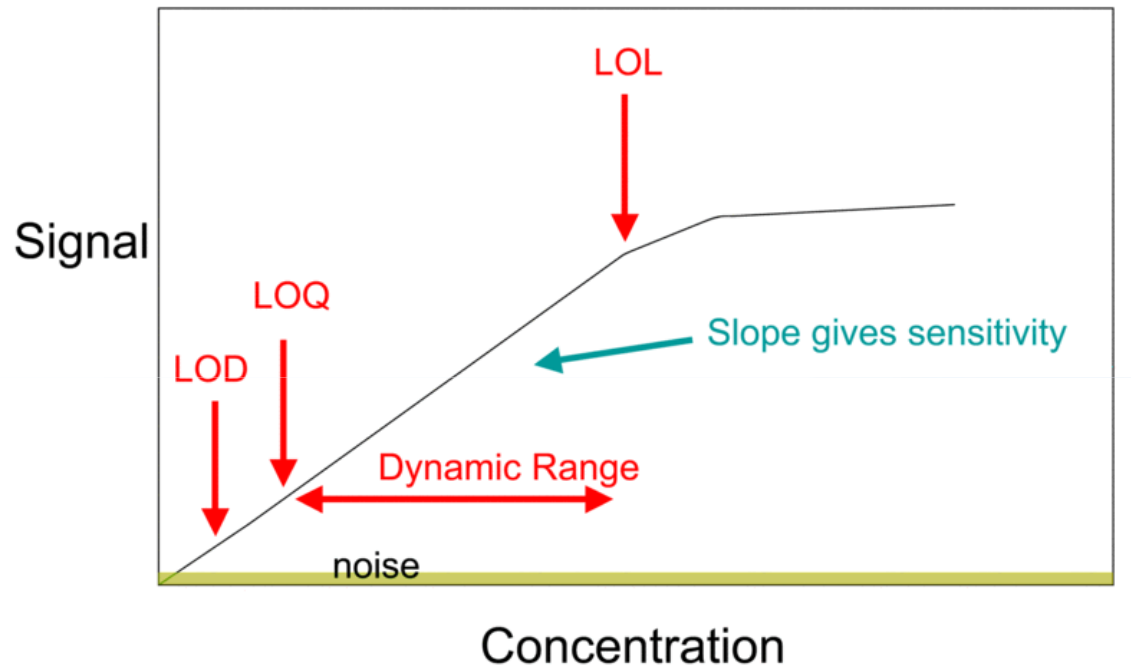
%RSD (inter laboratory)



Faktory rozhodující o výběru postupu

8. Citlivost - Sensitivity

- Metoda se nazývá citlivá, pokud malé změny v koncentraci nebo množství analytu způsobí velkou změnu měřeného signálu



mez detekce (LOD)
limit kvantifikace (LOQ),
dynamický rozsah
limit linearity (LOL).

PŘÍČINY NESPRÁVNÝCH ANALYTICKÝCH VÝSLEDKŮ

- nekvalifikovanost / nedostatečná péče
- nevhodný postup
- kontaminace
- interference
- chyby v kalibraci
- chyby vzorkování
- ztráty / rozklad



Obecné schéma stanovení analytů

ANORGANICKÝ ANALYT	ORGANICKÝ ANALYT
<p>1. Anorganická matrice</p> <p>(a) Oddělte analyt od ostatních anorganických analytů klasickými metodami, chromatografií na iontoměničích nebo komplexačními reakcemi</p> <p>(b) Použijte specifický detekční systém</p>	<p>1. Anorganická matrice</p> <p>(a) Oddělte analyt od matrice extrakcí rozpouštědlem</p> <p>(b) Stanovte analyt např. GC-MS (plynovou chromatografií-hmotnostní spektrometrií)</p>
<p>2. Organická matrice</p> <p>(a) Rozložte matrici oxidací (mineralizací suchou cestou nebo anorganickými kyselinami)</p> <p>(b) Oddělte a stanovte jako podle 1 výše</p>	<p>2. Organická matrice</p> <p>(a) Oddělte analyt od matrice, např. extrakcí rozpouštědlem nebo v pevné fázi</p> <p>(b) Oddělte analyt od koextrahovaných látek destilací, rozdělovací chromatografií</p> <p>(c) Podle potřeby zkoncentrujte analyt</p> <p>(d) Stanovte analyt specifickým detekčním systémem</p>

VALIDACE ANALYTICKÝCH METOD

preventivní opatření pro zajištění validity výsledků

- Replikace
- Testy výtěžnosti
- Slepý vzorek
- Alternativní postupy
- Alternativní detekce
- Referenční materiály