

Environmentální vzorky

Jsou to vzorky environmentu odebrané za daným účelem: kvantitativní analýza obsahu polutantů má přinést požadované potřebné informace (další někdy používané termíny jsou terénní popř. reálné vzorky).

Frekventovaným účelem EA je zjišťování zda obsah polutantu je pod daným limitem (regulatory level).

Environmentální slepé vzorky

Jsou to vzorky environmentu, které neobsahují analyt, nebo obsah analytu je pod mezí detekce předepsané analytické metody. Jsou to vzorky často vzácné, které umožňují ověřit:

- a) zda matrice vzorku popřípadě obsah jiných chemických individuů v tomto reálném vzorku neruší stanovení (ověření interference analýzy)
- b) zda se vzorek nekontaminuje analytem během jeho odběru, transportu, skladování a konečně i během analytického pracovního postupu (APP). Samotný APP se ověřuje tzv. **laboratorním slepým stanovením**, což je uskutečnění celého APP bez vzorku a u kterého by měl výsledek činit nulu! Environmentální slepý vzorek je někdy téměř nemožné získat a je nutno jej nahradit tzv. simulovaným neboli syntetickým environmentálním slepým vzorkem (improvizace!).

Výtěžnost analytického pracovního postupu

$$\text{Výtěžnost (\%)} = \frac{C_d}{C_{ad}} \cdot 100 = \frac{m_d}{m_{ad}} \cdot 100 = RF (\%)$$

C_d stanovená koncentrace analytu v environmentálním slepém vzorku s přidavkem standardu

m_d stanovená hmotnost standardu

C_{ad} přidaná koncentrace analytu do environmentálního slepého vzorku s přidavkem standardu

m_{ad} hmotnost přidaného standardu

Stanovená výtěžnost umožňuje eliminovat případné ztráty analytu během APP (!) a eliminovat vliv matrice environmentálního vzorku na analytický signál.

Zkušenosti ukazují, že nízké hodnoty výtěžnosti nejsou dostatečně reprodukovatelné (nejsou tedy přesné). Za nespolehlivou se pokládá dosažená hodnota výtěžnosti menší než 60 %. Je-li tedy stanovená výtěžnost nižší než 60 %, je třeba hledat jiný analytický pracovní postup.

Na druhé straně, zkušenosti také bohužel ukazují, že ani vysoké hodnoty výtěžnosti vždy neznamenají, že stejnou výtěžnost, jakou má přidaný standard do environmentálního slepého vzorku, má i analyt obsažený v reálném environmentálním vzorku.

Definice výtěžnosti podle organizace EPA

Výtěžnost se stanovuje přidavkem standardu k reálnému vzorku (jak bylo uvedeno, environmentální slepý vzorek je často vzácný!).

Definice 1 (US EPA Percent Recovery Formula):

$$\% \text{ výtěžnosti} = R (\%) = \frac{X_{\Delta} - X_{vz}^*}{X_{st}} \cdot 100 = \frac{m_{\Delta} - m_{vz}}{m_{st}} \cdot 100$$

- X_{Δ} stanovená hodnota koncentrace analytu ve vzorku s přidavkem standardu (obohacený vzorek)
- X_{vz}^* stanovená hodnota koncentrace analytu ve vzorku bez přidavku standardu, přepočítaná na součet objemu vzorku a objemu přidaného standardu (korekce na ředění!)
- X_{st} hodnota koncentrace přidaného standardu do vzorku
- m_{Δ} stanovená hmotnost analytu ve vzorku s přidavkem standardu
- m_{vz} stanovená hmotnost analytu ve vzorku
- m_{st} hmotnost přidaného analytu

Definice 2

$$\% \text{ výtěžnosti} = R (\%) = \frac{\text{stanovená koncentrace}}{\text{teoretická koncentrace}} \cdot 100 = \frac{\text{stanovená hmotnost}}{\text{teoretická hmotnost}} \cdot 100$$

Teoretická koncentrace se vypočítá:

$$V_{vz} \cdot C_{vz} + V_{st} \cdot C_{st} = (V_{vz} + V_{st}) \cdot C_{th}$$

$$C_{th} = \frac{V_{vz} \cdot C_{vz} + V_{st} \cdot C_{st}}{V_{vz} + V_{st}}$$

- V_{vz} objem vzorku
- V_{st} objem roztoku přidaného standardu
- C_{vz} stanovená koncentrace vzorku
- C_{st} koncentrace roztoku standardního přidavku