

METODE UZORKOVANJA, IDENTIFIKACIJE I KARAKTERIZACIJE PRIMARNIH PROIZVODA DIMA SA KVALITATIVNIM KRITERIJUMIMA ZA VALIDACIJU ANALITIČKIH METODA

1. Uzorkovanje

Osnovni zahtjev u postupku uzorkovanja je dobijanje reprezentativnog i homogenog laboratorijskog uzorka.

Analitičar u laboratoriji mora osigurati da ne dođe do kontaminacije uzoraka tokom njihove pripreme.

Prije upotrebe posude se moraju isprati acetonom ili heksanom visokog stepena čistoće (stepen p.A., HLPC ili istovrijedan), kako bi se na smanjio rizik od kontaminacije. Kad god je to moguće, uređaji koje dolaze u dodir sa uzorkom treba da su izrađeni od inertnih materijala, npr. stakla ili poliranog nerđajućeg čelika. Treba izbjegavati plastiku, kao što je polipropilen, zbog toga što se analit može adsorbovati na te materijale.

Sav uzorkovani materijal zaprimljen u laboratoriji treba iskoristiti za pripremu materijala za analizu. Samo vrlo fino homogenizovani uzorci daju ponovljive rezultate.

Postoji mnogo zadovoljavajućih specifičnih postupaka pripreme uzoraka koji se mogu koristiti.

2. Identifikacija i karakterizacija

2.1. Definicije

Za potrebe ovog Priloga primjenjuju se sljedeće definicije:

Masa bez rastvarača je masa materijala nakon ekstrakcije rastvarača, koji je obično voda.

Isparljiva frakcija je dio mase bez rastvarača koji je isparljiv i može se analizirati gasnom hromatografijom.

Identifikacija primarnog proizvoda je rezultat opisane analize kojom se identifikuju materije prisutne u primarnom proizvodu.

Karakterizacija primarnog proizvoda je identifikacija glavnih fizičko-hemijskih frakcija, kao i kvantifikacija i identifikacija hemijskih sastojaka.

LOQ: Granica kvantifikacije

LOD: Granica detekcije

S_i: standardna devijacija unutar jedne laboratorije, izračunata iz rezultata dobijenih u uslovima ponovljivosti, kako je definisano u normi ISO 5725-1 ⁽¹⁾ (= standardna devijacija ponovljivosti, procijenjena unutar jedne laboratorije u skladu sa usklađenim smjernicama za akreditovanje metoda analize unutar jedne laboratorije (*Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*) ⁽²⁾).

S_r: prosječna unutarlaboratorijska standardna devijacija, izračunata iz rezultata dobijenih u uslovima ponovljivosti, kako je definisana u normi ISO 5725-1 ⁽¹⁾, u međulaboratorijskom ispitivanju u kojem je učestvovalo najmanje osam laboratorija, sprovedeno u skladu sa Protokolom o planiranju, sprovođenju i tumačenju studija efikasnosti metoda (*Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies*) ⁽³⁾.

S_R: međulaboratorijska standardna devijacija, izračunata iz rezultata dobijenih u uslovima obnovljivosti, kako je definisana u normi ISO 5725-1 ⁽¹⁾ i u skladu sa Protokolom o planiranju,

¹ ISO 5725-1: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions. Geneva, 1994.

² Thompson, M., S.L.R. Ellison, and R. Wood, Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis. Pure and Applied Chemistry, 2002. 74(5): pp. 835-855.

³ Horwitz, W., Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies. Pure and Applied Chemistry, 1995. 67(2): pp. 331-343.

spvođenju i tumačenju studija efikasnosti metoda (*Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies*)⁽³⁾.

RSD_i: standardna devijacija relativne ponovljivosti unutar jedne laboratorije (S_i izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

RSD_r: standardna devijacija relativne prosječne ponovljivosti (S_r izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

RSD_R: standardna devijacija relativne obnovljivosti (S_R izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

2.2. Zahtjevi

Bez obzira na zahtjeve propisane posebnim propisom koji uređuje službene kontrole, akreditovana (*validate*) metoda identifikacije i karakterizacije koju je izabrala laboratorija treba da ispunjava kriterijume kvaliteta navedene u tabelama 1 i 2.

Tabela 1. Kriterijumi kvaliteta za metode identifikacije i kvantifikacije hemijskih sastojaka u masi bez rastvarača i u isparljivoj frakciji primarnih proizvoda

Parametar	Vrijednost/Komentar
Masa bez rastvarača	Mora biti identifikovano i kvantifikovano najmanje 50 % mase.
Isparljiva frakcija	Mora biti identifikovano i kvantifikovano najmanje 80 % mase.

Tabela 2. Minimalni kriterijumi kvaliteta metode za analizu policikličnih aromatičnih ugljovodonika (PAH)

Analit(i) PAH	RSD _i (*1)	RSD _r (*1)	RSD _R (*1)	LOD (*3)	LOQ (*3)	Raspon analize (*3)	Iskorišćenje (*1)
	%	%	%	µg/kg	µg/kg	µg/kg	%
benzo[a]piren <i>benzo[a]pyrene</i>	20	20	40	1,5	5,0	5,0-15	75-110
benzo[a]antracen <i>benzo[a]anthracene</i>	20	20	40	3,0	10	10-30	75-110
ciklopenta[cd]piren ^(*2) <i>cyclopenta[cd]pyrene</i> (*2)	35	35	70	5,0	15	15-45	50-110
dibenzo[a,e]piren ^(*2) <i>dibenzo[a,e]pyrene</i> (*2)							
dibenzo[a,i]piren ^(*2) <i>dibenzo[a,i]pyrene</i> (*2)							
dibenzo[a,h]piren ^(*2) <i>dibenzo[a,h]pyrene</i> (*2)							
krizen <i>chrysene</i>	25	25	50	5,0	15	10-30	60-110
5-metilkrizen <i>5-methylchrysene</i>							
benzo [b]fluoranten							

<i>benzo[b]fluoranthene</i> <i>benzo[j]fluoranten</i> <i>benzo[j]fluoranthene</i> <i>benzo[k]fluoranten</i> <i>benzo[k]fluoranthene</i> <i>indeno(123-cd)piren</i> <i>indeno[123-cd]pyrene</i> <i>dibenzo[a,h]antracen</i> <i>dibenzo[a,h]anthracen</i> <i>e</i> <i>benzo(ghi)perilen</i> <i>benzo[ghi]perylene</i> <i>dibenzo(a,l)piren</i> <i>dibenzo[a,l]pyrene</i>							
<p>(*1) U čitavom analitičkom opsegu.</p> <p>(*2) Vrijednosti RSDi, RSDr i RSDR su relativno visoke zbog niske stabilnosti analita u kondenzatu primarnog dima.</p> <p>(*3) Korigovano za iskorišćenje.</p>							