

AR VIDES PIESĀRŅOJUMA NOTEIKŠANU SAISTĪTO METOŽU VALIDĒŠANAS PROBLĒMAS

Daira Kreicberga, Indulis Stikāns, Daina Kalniņa, Vides piesārņojuma analītiskās kontroles laboratorija, RTU

Ar katru gadu laboratoriju darba kvalitāte Latvijā pieaug, pateicoties laboratoriju akreditācijai atbilstoši standarta LVS EN 45001 prasībām un ISO, EN vai LVS standartmetožu izmantošanai. Kvalitātes nodrošināšanas un kontrolēs sistēmas ļauj izsekot rezultāta iegūšanas gaitu no parauga noņemšanas brīža līdz pārskata izsniegšanai. Šobrīd akreditācija jau noteik pēc standarta LVS ISO/IEC 17025:2000 prasībām.

Lai arī priekšroka dodama starptautiskajām, reģionālajām vai nacionālajām testēšanas standartmetodēm, tomēr zinātnieciski-pētnieciskajās vai rūpnieciskajās laboratorijās bieži vien specifiskiem gadījumiem vai atsevišķu parametru noteikšanai standartmetodes nav pieejamas vai izdevīgāk un lētāk izmantot nestandarta vai laboratorijas izstrādātas metodes, kā arī modificētas standartmetodes. Šajos gadījumos nepieciešama metožu validācija. Metožu validācijas principi palīdz efektīvāk laboratorijā adaptēt jau izstrādātas standartmetodes.

RTU Vides piesārņojuma analītiskās kontroles laboratorijā vides piesārņojuma noteikšanai tiek izmantotas ISO standartmetodes, kā arī validētas laboratorijā izstrādātas metodes. Metožu validācija ir veikta atbilstoši EAL-G4, EAL-R2, LVS ISO/TR 13530:1997 dokumentu prasībām, nosakot šādus metodes raksturlielumus:

- selektivitāte
- diapazons
- linearitāte
- jutīgums
- metodes detektēšanas robeža
- metodes kvantitēšanas robeža
- metodes robustums (matricas un ārējo faktoru ietekme)
- atkārtotamība un reproducējamība
- metodes kļūda un nenoteiktība

Iespēju robežās tiek pielietota datu statistiskā apstrāde, kalibrācijas līkņu statistiskā apstrāde tika veikta saskaņā ar standarta ISO 8466-1:1990 (E) prasībām.

RTU Vides piesārņojuma analītiskās kontroles laboratorijā ir veikta vairāku metožu validācija. Katras metodes validācijas gaitā rodas problēmas, tomēr pārsvarā grūtākais posms ir matricas un traucētāju ietekmes novērtēšana. Grūtības rada dabas paraugu daudzveidība. Grunts paraugi var būt nehomogēni augsnes, smilts, mālsmilts un māla maisījumi. Ūdens paraugi var saturēt suspendētās vielas, mikroorganismus, dažādus savienojumus, kuri traucē citu savienojumu noteikšanu (piemēram, virsmas aktīvie savienojumi un spirti traucē naftas produktu noteikšanu, dažādu klašu virsmas aktīvie savienojumi traucē atsevišķas VAS klases noteikšanu). Šādu savienojumu klātbūtne vienmēr ir jānovērtē.

Naftas produktu noteikšanā sistemātiskās kļūdas rada to daudzveidība un komplikētais ķīmiskais sastāvs. Nosakot naftas produktu koncentrāciju ūdenī vai gruntī ar infrasarkanās spektrometrijas metodi, kalibrācija tiek veikta pēc sintētiska standartmaisījuma. Tādēļ rezultāti ir metodes atkarīgi, un ar dažādām metodēm iegūtos rezultātus savā starpā ir grūti salīdzināt. Validācijas gaitā tika izmantoti vairāki naftas produkti - jēlnafta, benzīns,

dīzeļdegviela. Konstatēts, ka aprēķinot koncentrāciju pēc kalibrācijas līknes, kas iegūta analizējot standartmaisījumu, katra naftas produkta ķīmiskā sastāva dēļ koncentrācija tiek pazemināta (40%) vai paaugstināta (16 %).

Pilnīga metodes validācija prasa dziļas zināšanas par testēšanas metodi, tās principu, fizikālajiem un ķīmiskajiem procesiem, kas notiek analīzes gaitā, vides faktoru ietekmi, kā arī līdzekļus un laiku. Tāpēc, veicot metodes validāciju, vienmēr jāmeklē kompromiss starp klienta vēlmēm, pieejamajiem resursiem, izmaksām, laika patēriņu un iegūto metodes raksturotājlielumu precizitāti. Vislielākos resursus, kvalifikāciju un laiku prasa dažādu matricas efektu novērtēšana, jo jāveic liels skaits eksperimentu, kas īpaši aktuāli ir komplicētām metodēm ar lielu skaitu operāciju.

PROBLEMS IN THE VALIDATION OF THE METHODS FOR DETERMINATION OF THE ENVIRONMENTAL POLLUTION

"In-house" methods for determination various pollutants in soil and water have been developed and validated by the Environmental Pollution Laboratory of Riga Technical University. The selectivity, range, linearity, sensitivity, detection limit, quantification limit, ruggedness (matrix and external effects), repeatability, reproducibility, method error and uncertainty have been determined for each "in-house", non-standard or modified standard method.

Daira Kreicberga, Indulis Stikāns, Daina Kalniņa
RTU Vides piesārņojuma analītiskās kontroles laboratorija, Āzenes iela 14/24, LV-1048, Rīga
Tel./fax 7089265