

**OPTIMIZACIJA, VALIDACIJA I VERIFIKACIJA
ICP-MS METODE ZA ODREĐIVANJE METALA
IZ EMISIJE STACIONARNIH IZVORA****OPTIMIZATION, VALIDATION AND VERIFICATION
OF ICP-MS METHOD FOR DETERMINATION OF THE TOTAL
EMISSION OF METALS FROM STATIONARY SOURCES****Filip Živković*¹, Maja Đolić¹, Ljiljana Janković Mandić², Mirjana Čujić²**¹Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd²Univerzitet u Beogradu, Institut za nuklearne nauke „Vinča“, Beograd

Emisija zagađujućih materija u vazduh iz stacionarnih izvora zagađivanja se utvrđuje merenjem i/ili izračunavanjem emisionih parametara na osnovu rezultata merenja. U skladu sa održivim razvojem, teži se ka tome da se ove emisije smanje, ali je njihova neprekidna kontrola neophodna. Teži se da koncentracije metala koji se ispuštaju emisijom u životnu sredinu budu smanjene, pa je neophodno razvijati metode koje su dovoljno osetljive da detektuju i kvantifikuju niske koncentracije. Standardna referentna metoda za određivanje ukupne emisije As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl i V iz stacionarnih izvora je SRPS EN 14385. Jedna od osnovnih karika u sistemu menadžmenta kvalitetom jeste obezbediti poverenje u kvalitet rezultata analize merenja. Ispravnost analitičkog merenja kontroliše se od ulaska uzorka u laboratoriju do samog izdavanja izveštaja o ispitivanju, sve u cilju dobijanja maksimalne pouzdanosti rezultata ispitivanja. Program obezbeđenja (QA) i kontrole kvaliteta (QC) uspostavlja se i realizuje da bi se obezbedila tačnost i preciznost (pouzdanost) dobijenih rezultata merenja.

Cilj rada je optimizacija, validacija i verifikacija ICP-MS metode za određivanje metala iz emisije stacionarnih izvora. Da bi se obezbedili objektivni eksperimentalni dokazi da su ispunjeni posebni zahtevi za svaki analizirani metal, proces je uključivao (i) procenu mernih nesigurnosti, (ii) analizu dostupnih sertifikovanih referentnih materijala i (iii) merenje uzoraka za ispitivanje u okviru međulaboratorijskog poređenja. Dobijene vrednosti ICP-MS analize metala iz stacionarnih izvora ukazuju da je ponovljivost bolja od 5 % RSD, ponovljivost u PT šemi bolja od 10 % RSD, bias bolji od 10 % i granice detekcije u opsegu 0,05 i 10 $\mu\text{g kg}^{-1}$ za analizirane metale.

Ključne reči: *upravljanje kvalitetom; validacija; PT šema; ICP-MS; emisije iz stacionarnih izvora*

The emission of polluting substances into the air from stationary sources is determined by measurement and/or calculation of emission parameters based on measurement results. In line with sustainable development, efforts are made to reduce these emissions, but continuous monitoring remains essential. The aim is to decrease the concentrations of metals released into the environment

* Corresponding author:
zivkovicfilip25@gmail.com
<https://orcid.org/0009-0003-1807-1704>

Maja Đolić: <https://orcid.org/0000-0002-4125-6497>
Ljiljana Janković Mandić: <https://orcid.org/0000-0003-1031-9106>
Mirjana Čujić: <https://orcid.org/0000-0002-8906-3694>

through emissions, necessitating the development of methods sensitive enough to detect and quantify low concentrations. The standard reference method for determining the total emissions of As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl, and V from stationary sources is SRPS EN 14385. A fundamental aspect of quality management systems is to ensure confidence in the quality of measurement results. The accuracy of analytical measurements is controlled from sample entry into the laboratory to the issuance of test reports, all with the goal of maximizing the reliability of test results. Quality assurance (QA) and quality control (QC) programs are established and implemented to ensure the accuracy and precision (reliability) of obtained measurement results.

The objective of this work is the optimization, validation, and verification of the ICP-MS method for determination of metals emitted from stationary sources. To provide objective experimental evidence that specific requirements are met for each analyzed metal, the process includes (i) assessing measurement uncertainties, (ii) analyzing available certified reference materials, and (iii) measuring test samples within inter-laboratory comparison. The obtained values from ICP-MS analysis of metals from stationary sources indicate repeatability better than 5% RSD, repeatability in proficiency testing schemes better than 10% RSD, bias better than 10%, and detection limits in the range of 0.05 to 10 $\mu\text{g kg}^{-1}$ for the analyzed metals.

Key words: *quality control; validation; PT scheme; ICP-MS; stationary source emissions*