

SFERA PRECIZNOSTI: IN-HOUSE PS STANDARDI ZA VALIDACIJU ANALIZE MIKROPLASTIKE



MSC MILOŠ ILIĆ

DR JELENA MUTIĆ

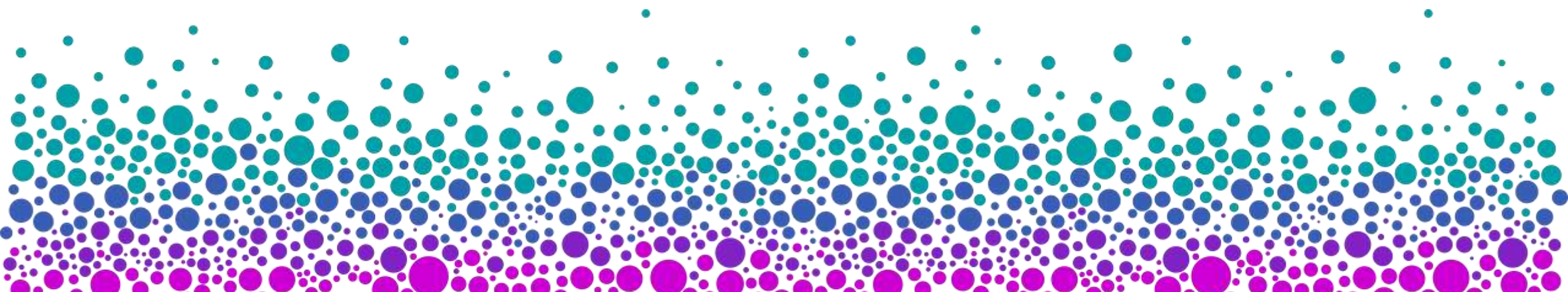
DR TANJA ĆIRKOVIĆ VELIČKOVIĆ



The Imptox project has received funding from the EU's H2020 framework programme for research and innovation under grant agreement n. 965173



Univerzitet u Beogradu- Hemijski fakultet



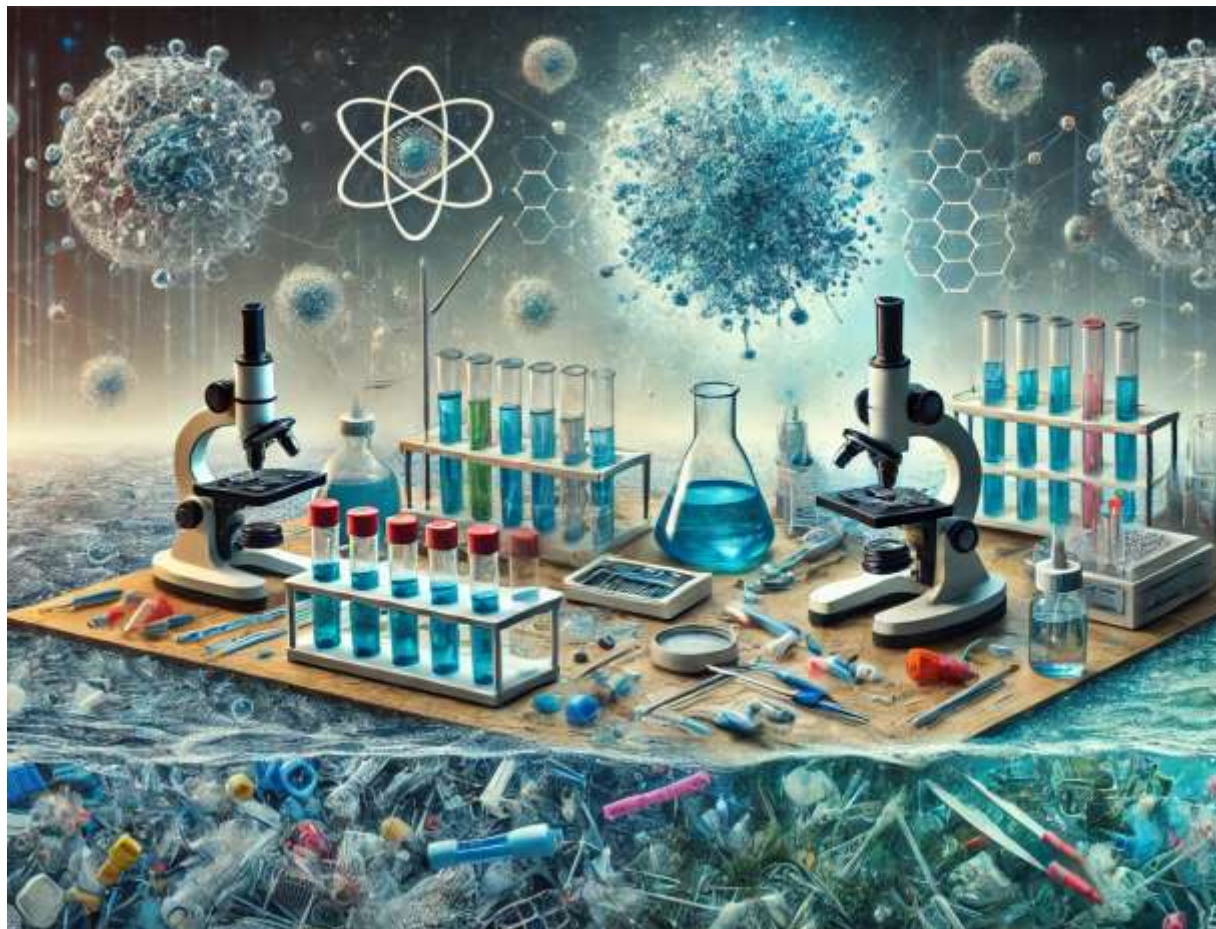


UVOD U PROBLEMATIKU MIKROPLASTIKE



- Mikroplastika kao globalni izazov za vode.
- Zašto je kvantifikacija mikroplastike ključna za zaštitu voda i naučna istraživanja?
- Laboratorijski standardi kao odgovor na izazove.

IZAZOVI U ANALIZI MIKROPLASTIKE



- **Kompleksnost realnih uzoraka: raznovrsnost oblika, veličina i izvora mikroplastike.**
- **Digestija uzoraka: kako različiti protokoli utiču na očuvanje čestica.**
- **Potreba za referentnim materijalima radi validacije metoda i osiguranja tačnosti.**

The background of the slide is a dark, almost black, field filled with numerous small, irregularly shaped particles. These particles exhibit a range of colors, primarily bright green and vibrant orange, suggesting they are fluorescently labeled. Some particles are larger and more distinct, while others are smaller and more numerous, creating a dense, textured appearance. The overall effect is that of a microscopic view of a sample containing microplastics.

**STANDARD
POLISTIRENA KAO
VALIDACIONO
SREDSTVO ZA
ANALIZU
MIKROPLASTIKE**

KARAKTERISTIKE STANDARDA POLISTIRENSKE MIKROPLASTIKE

- Sferni oblik čestica omogućava lako prepoznavanje u realnim uzorcima.
- Razlika od mikroplastike u realnim uzorcima (različiti oblici i veličine).
- Stabilnost i uniformnost čestica.
- Tačno poznat broj čestica po jedinici zapremine (19 ± 7)

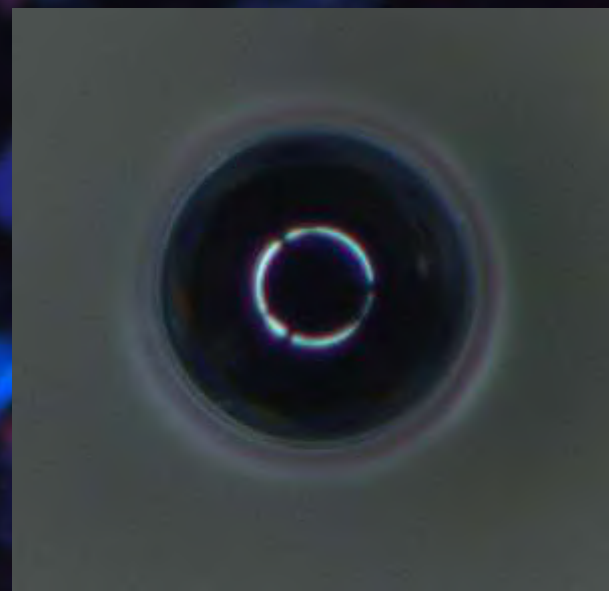


PROVERA BROJA ČESTICA: OD μ FTIR-A DO REZULTATA

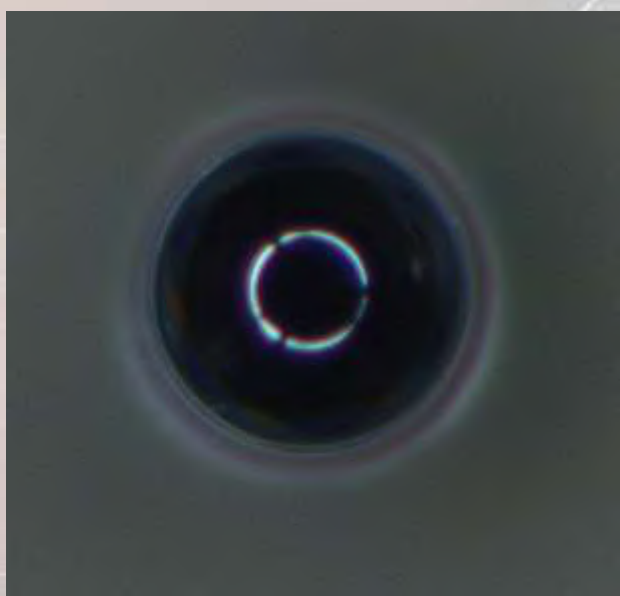
100 μ L standarda PS	Broj čestica PS
Standard 1	17
Standard 2	26
Standard 3	30
Standard 4	20
Standard 5	20
Standard 6	9
Standard 7	9
Standard 8	21
Standard 9	18
Srednja vrednost	19
STD	7
Recovery	112.96 %

Tabela 1. Broj čestica PS pronađen u slepim probama snimljenih pomoću μ FTIR-a.

- PS je pripremljen kao standard sa procenjenim brojem čestica po mL i eksperimentalno je određen i broj od 19 ± 7 čestica PS po alikvotu standarda.



Slika 1. Standard PS pod vidljivom svetlošću.



Slika 1. Standard PS pod vidljivom svetlošću.



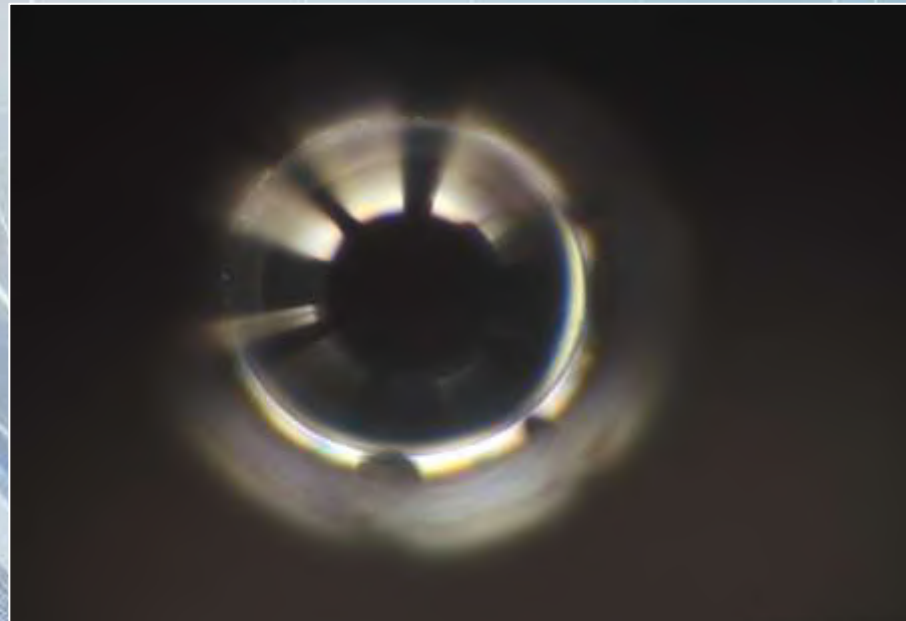
Slika 3. Standard PS obojen Nile-Red-om, pod vidljivom svetlošću



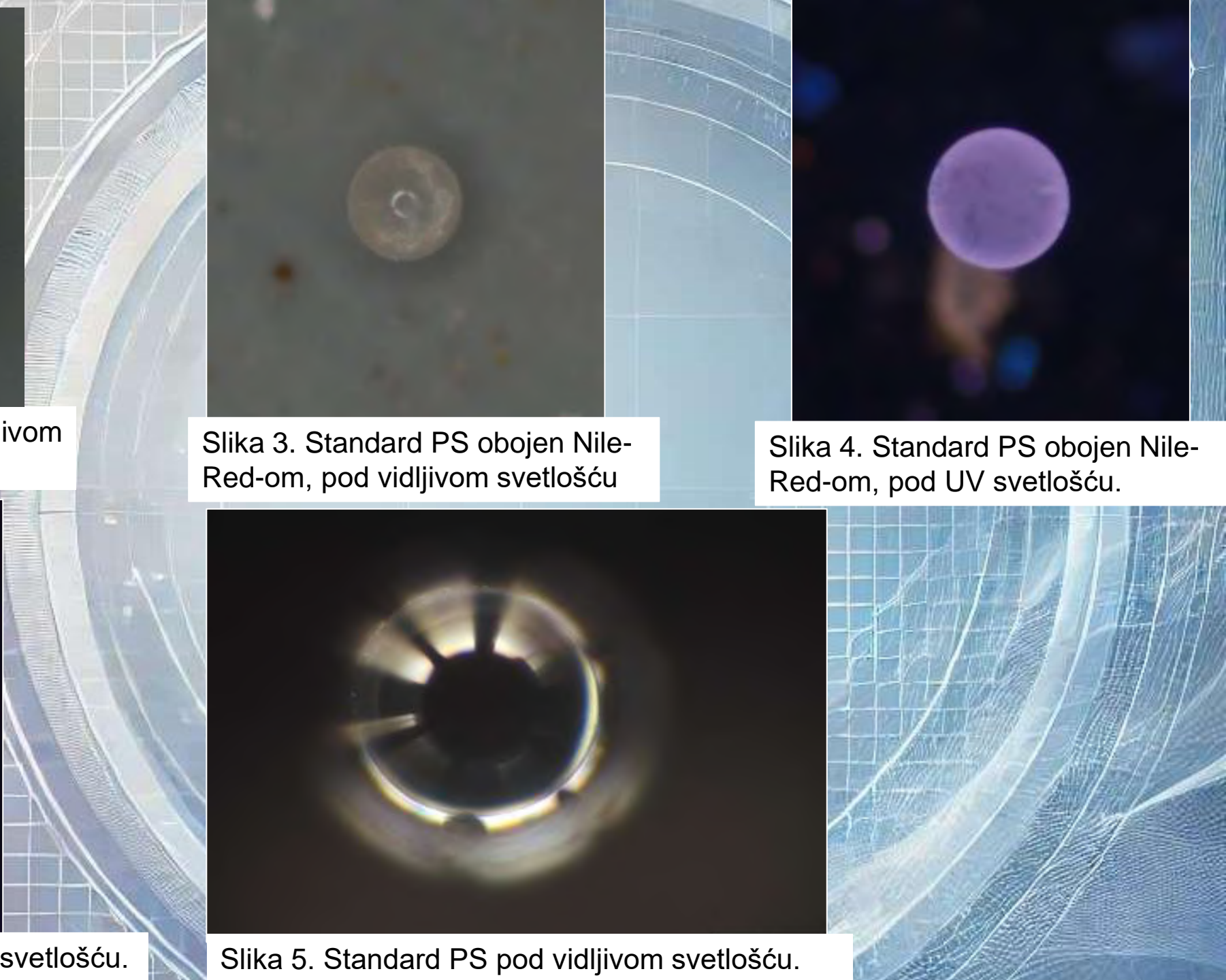
Slika 4. Standard PS obojen Nile-Red-om, pod UV svetlošću.



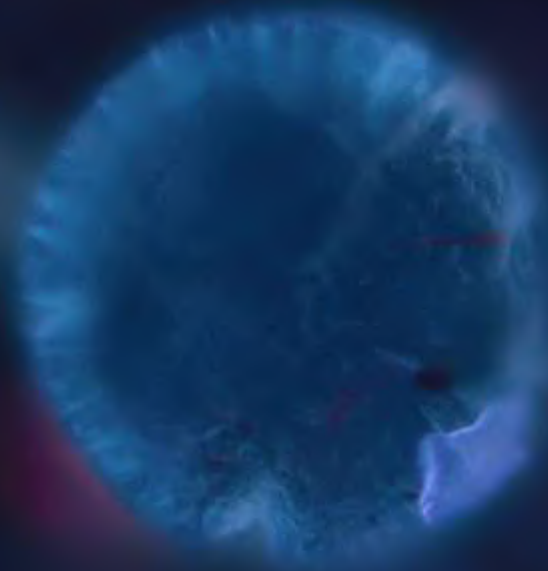
Slika 2. Standard PS pod UV svetlošću.



Slika 5. Standard PS pod vidljivom svetlošću.



PRIMENA STANDARDA U LABORATORIJSKIM ANALIZAMA



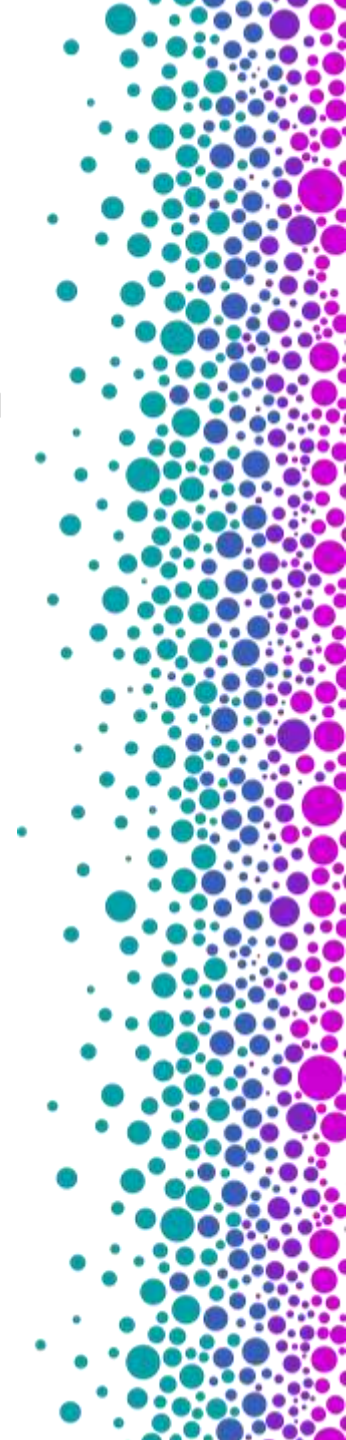
VALIDACIJA DIGESTIJE POMOĆU POLISTIRENSKOG STANDARDA

Provera očuvanosti čestica tokom digestije

- Standard omogućava detekciju potencijalnih gubitaka mikroplastike tokom obrade uzoraka (filtracija, hemijska obrada, centrifugiranje).
- Kvantifikacija pre i posle digestije otkriva efikasnost protokola.

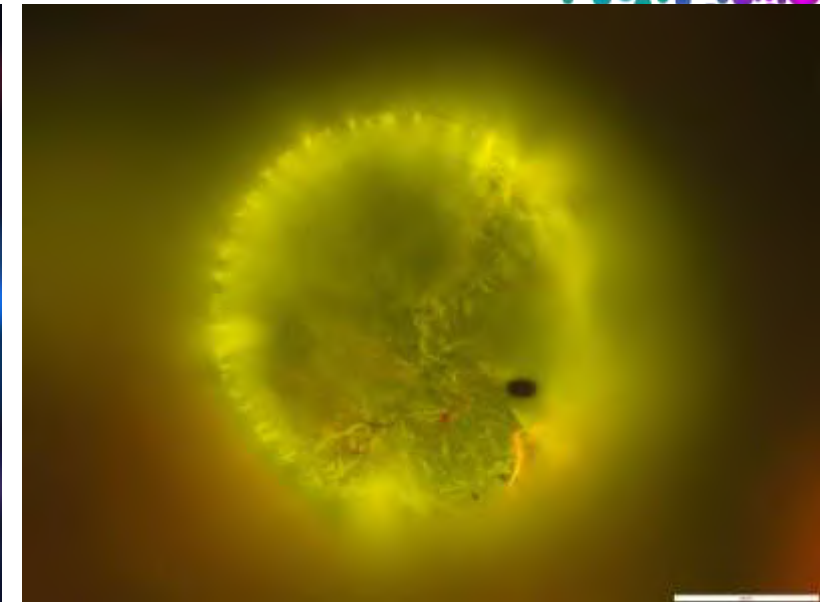
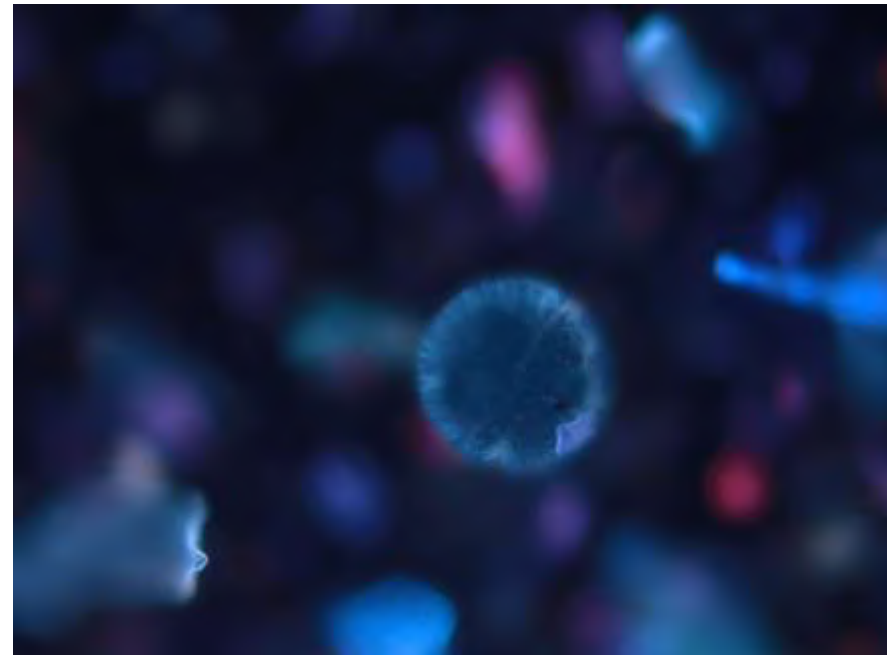
Vrsta uzorka	Broj čestica standarda PS pronađenih u uzorku
Vongola 1	11
Vongola 2	25
Vongola 3	18
Vongola 4	12
Vongola 5	20
Vongola 6	13
Srednja vrednost	17
STD	5
Recovery	91.67 %

Tabela 2. Pronađeni broj čestica standarda PS u uzorcima Vongola.



Provera integriteta polimera nakon digestije

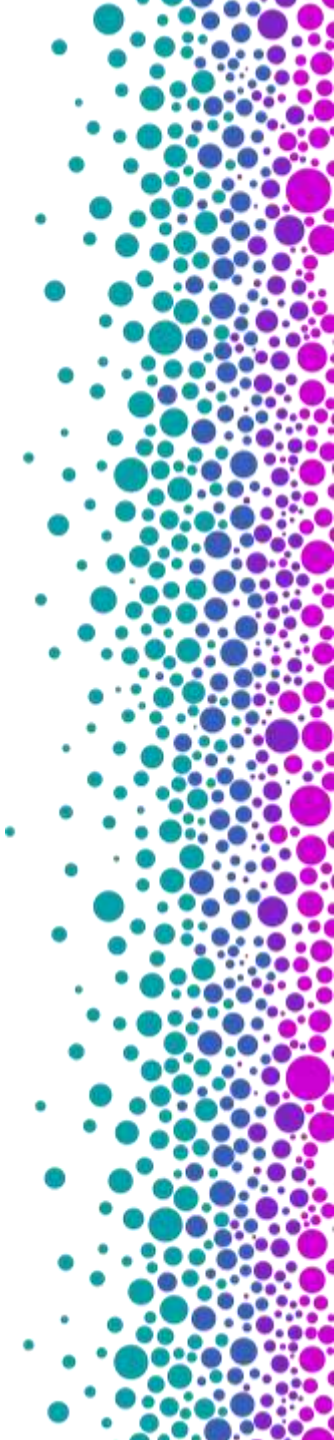
- Polistirenske čestice su hemijski stabilne, što omogućava praćenje uticaja hemijskih digestija na mikroplastiku.
- Upotreba spektroskopskih metoda (μ FTIR) za potvrdu da polimer ostaje nepromenjen nakon digestije.



Slike 6,7 i 8. Standard PS nakon digestije kalijum- hidroksidom, pepsinom, pankreatinom i vodonik-peroksidom, pod vidljivom i UV svetlošću.

VALIDACIJA μ FTIR METODE

- Standard omogućava testiranje tačnosti i ponovljivosti μ FTIR spektralne analize.
- Sferni oblik i hemijska uniformnost čestica olakšavaju identifikaciju polistirena u složenim uzorcima.
- Omogućava prilagođavanje postavki instrumenta za optimalnu detekciju mikroplastike.

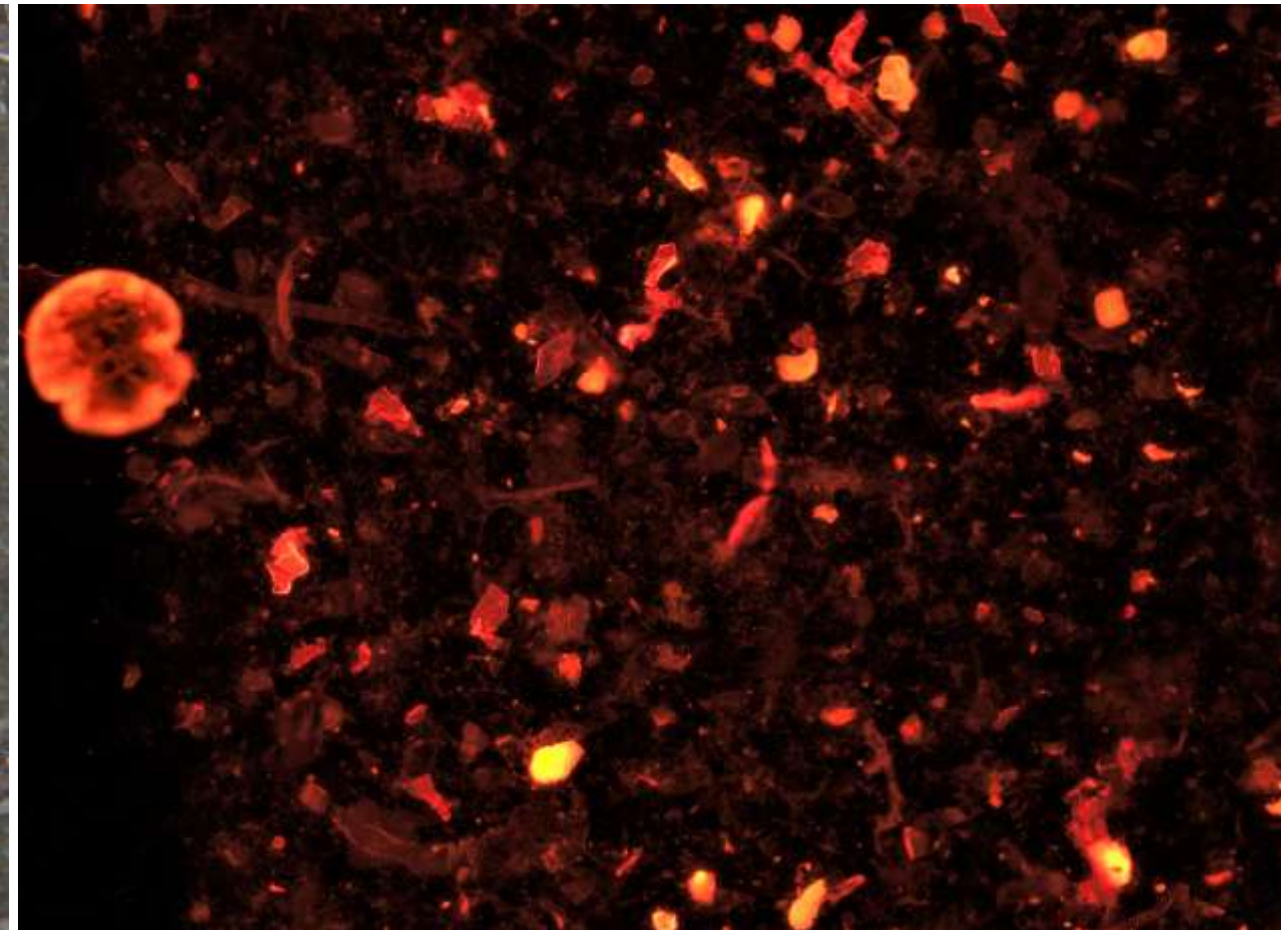


KOMPAKTIBILNOST SA POSTOJEĆIM METODAMA

- Ispitani su različiti protokoli digestije na standardu (enzimi, kiseline, baze, jaka oksidujuća sredstva, različite temperature).
- Ispitan je uticaj različitih matriksa: Vongole, Dagnje, Škampi, keks, dečiji feces, ulje....
- Pogodnost za različite matrikse: vode, sedimente, biološke uzorke, hranu.

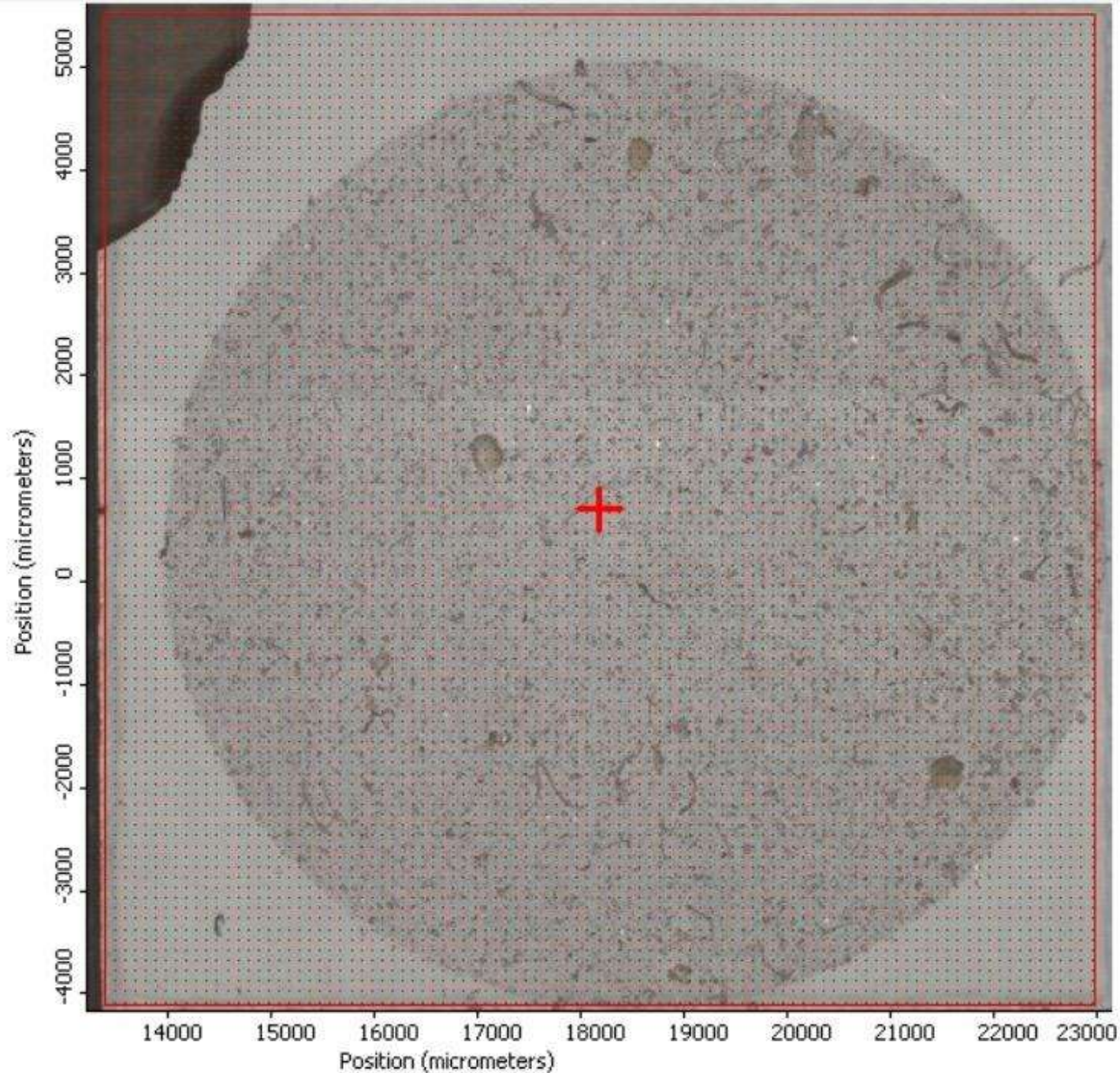
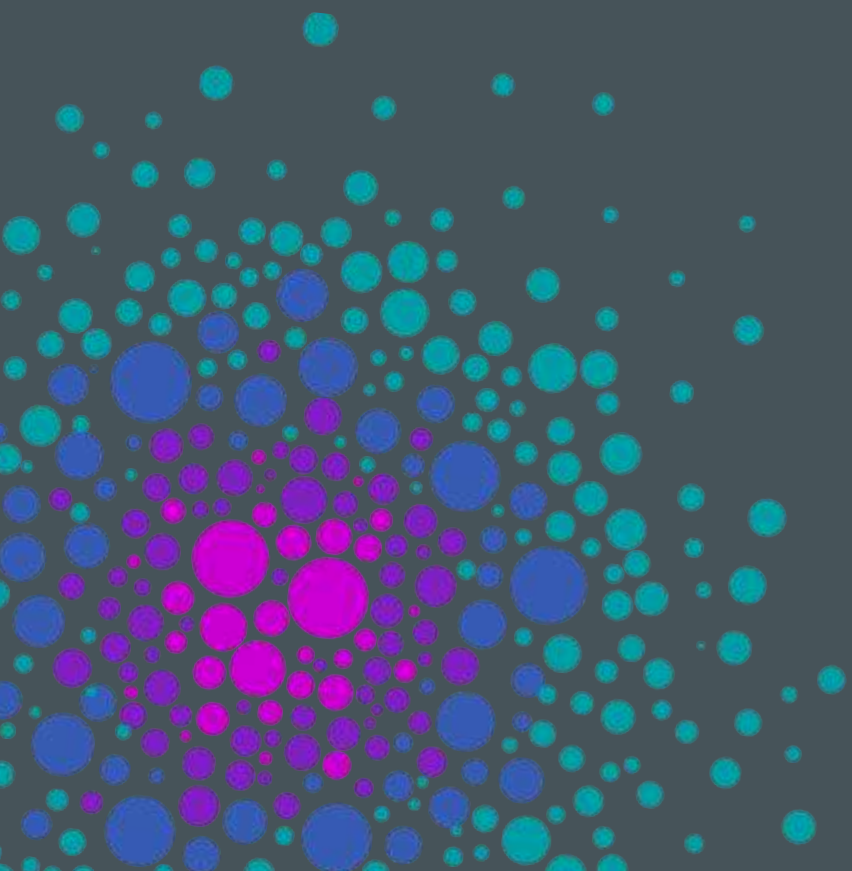


DIGESTIJA VONGOLA IZ HRVATSKE



Slika 9. Uvećanje 200x, nasumično odabrana pozicija na filteru, snimljeno pomoću ekscitacionog filtera 510-550 nm.

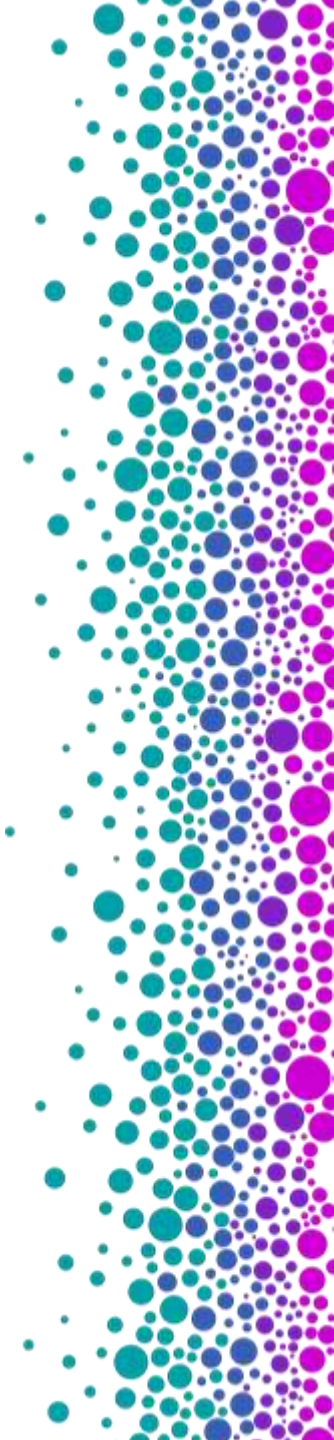
DIGESTIJA DEČIJIH FECESA



Slika 10. Digest dečijeg fecesa

ZAKLJUČAK

- Lakoća vizuelne identifikacije sfernih čestica.
- Mogućnost kontrole kvaliteta unutar laboratorije.
- Povećana pouzdanost rezultata – posebno u interlaboratorijskim studijama.





**IMP
TOX**

**HVALA NA
PAŽNJI!**

HF

Univerzitet u Beogradu- Hemijski
fakultet

Miloš Ilić

ilicm@chem.bg.ac.rs