

|                                                                     |                               |                           |
|---------------------------------------------------------------------|-------------------------------|---------------------------|
| Pharmahemp d.o.o., Koprška ulica 106C, SI-1000 Ljubljana, Slovenija |                               |                           |
| <b>VZORČENJE</b>                                                    |                               |                           |
| Veljavno od:                                                        | Veljavno do:                  | Šifra: <b>SOP-LAB-006</b> |
|                                                                     |                               | Verzija: <b>03</b>        |
|                                                                     |                               | Priloge: <b>1</b>         |
| Izdelal: Valentina Malin                                            | Pregledal: Dr. Boštjan Jančar | Odobril: Tine Lavrič      |

## KAZALO

|     |                                                                                         |   |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------------|---|
| 1.  | NAMEN .....                                                                             | 2 |
| 2.  | ODGOVORNOST .....                                                                       | 2 |
| 3.  | OPIS POSTOPKA DELA .....                                                                | 2 |
| 3.1 | Odločitev o vzorčenju .....                                                             | 2 |
| 3.2 | Izdelava plana vzorčenja .....                                                          | 2 |
| 3.3 | Shema vzorčenja .....                                                                   | 3 |
| 3.4 | Identifikacijske oznake in potrebni komentarji pri posameznem primerku za preskus ..... | 4 |
| 3.5 | Doprinos vzorčenja k merilni negotovosti meritve .....                                  | 4 |
| 3.6 | Dokumentiranje vzorčenja v analitskem laboratoriju .....                                | 4 |
| 3.7 | Poročanje rezultatov vzorčnih primerkov .....                                           | 4 |
| 4.  | REFERENCE .....                                                                         | 4 |
| 5.  | PRILOGE .....                                                                           | 4 |
| 6.  | ZGODOVINA DOKUMENTA .....                                                               | 5 |

|           |                           |
|-----------|---------------------------|
| VZORČENJE |                           |
|           | Šifra: <b>SOP-LAB-006</b> |
|           | Verzija: <b>03</b>        |

## 1. NAMEN

Namen postopka je natančno predpisati plan vzorčenja, kadar se le-ta izvaja v analitskem laboratoriju za nadaljnje preskušanje. Vzorčenje se izvaja kadar je le-to posebno zahtevano s strani odjemalca in odjemalec ni odgovoren za vzorčenje primerka za preskus. Zahteva za vzorčenje mora biti podana s strani odjemalca v pisni ali elektronski obliki do sprejemne pisarne, sprejemna pisarna pa mora tak zahtevek posredovati osebju analitskega laboratorija. Pri vzorčenju primerkov za preskus se mora posebej izračunati prispevek vzorčenja in ga upoštevati pri merilni negotovosti.

## 2. ODGOVORNOST

Seznanitev in odgovornosti osebja so povzete v tabeli 1.

**Tabela 1: Odgovornosti osebja za vzorčenje v analitskem laboratoriju**

| ODGOVORNOST                                                                                                         | SLA | ALT | MAN/LAB |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|-----|---------|
| Sprejem zahtevka za vzorčenje v analitskem laboratoriju in posredovanje zahtevka do osebja analitskega laboratorija | Z   | I   | I       |
| Izdelava plana vzorčenja                                                                                            |     | Z   | S       |
| Vzorčenje in analizira vzorčenih primerkov za preskus                                                               |     | Z   | I       |
| Izračun prispevka vzorčenja k merilni negotovosti                                                                   |     | Z   | S       |
| Podajanje celokupne merilne negotovosti k rezultatu posamezne meritve                                               |     | Z   | S       |
| Ureditev pravilnega zapisa merilne negotovosti k rezultatu meritve vzorčnega primerka za preskus.                   |     | S   | Z       |

| ODGOVORNE FUNKCIJE               | OZNAKA  |
|----------------------------------|---------|
| Sales and Laboratory Assistant   | SLA     |
| Analytical Laboratory Technician | ALT     |
| Analytical Laboratory Manager    | MAN/LAB |

| OBSEG ODGOVORNOSTI | OZNAKA |
|--------------------|--------|
| Zadolžen           | Z      |
| Sodeluje           | S      |
| Informiran         | I      |

Funkcije posameznega osebja v analitskem laboratoriju so bolj podrobno opredeljene v dokumentu SOP-LAB-009 - Delovne naloge, odgovornosti in pooblastila.

## 3. OPIS POSTOPKA DELA

### 3.1 Odločitev o vzorčenju

Vzorčenje v analitskem laboratoriju poteka le v primeru posebne zahteve odjemalca, ki mora biti dokumentirana (e-mail sporočilo, pisna zahteva). Zahtevek odjemalec pošlje po pogovoru z sprejemno pisarno, lahko pa tudi direktno do osebja analitskega laboratorija, v primeru da gre za internega odjemalca.

Za vse prejeme za preskus velja, da jih analitski laboratorij ne vzorči ob sprejemu, ob morebitnem prejemu večje količine primerka za preskus pa jo analitski laboratorij kolikor je mogoče homogenizira. S tem se kolikor je mogoče zmanjša možnost analize reprezentativnega materiala prejetega primerka za preskus.

### 3.2 Izdelava plana vzorčenja

Po prejemu primerka za preskus in zahteve za vzorčenje, osebje analitskega laboratorija izdelava plan vzorčenja, to je matrika, po kateri se vzorči. Plan vzorčenja lahko izdelava vodja laboratorija ali pa tehnik v analitskem laboratoriju v primeru odsotnosti vodje laboratorija. Pri vzorčenju uporabljamo matriko s 3 ali 6 vzorci, za katero se odločimo pa je odvisno od vrste in količina prejetega primerka za preskus. Uporabo

|                  |                           |
|------------------|---------------------------|
| <b>VZORČENJE</b> |                           |
|                  | Šifra: <b>SOP-LAB-006</b> |
|                  | Verzija: <b>03</b>        |

matrike 3 ali matrike 6 vzorcev ustrezno obrazložimo v poročilu o vzorčenju (Priloga 1 tega dokumenta). Vsak vzročni primerek za preskus obravnavamo samostojno in neodvisno, torej enako kot ostale primerke za preskus.

#### Matrika vzorčenja s 3 vzorci

V primeru da gre za srednje veliko pošiljko prejemka za preskus, je potrebno pridobiti tri neodvisne vzorce, ki se jih nato obravnava individualno. Osebj e analitskega laboratorija izbere 3 vzorce od prejetega primerka za preskus, kot je to prikazano v poglavju 3.3. Prejemke za preskus osebj e analitskega laboratorija vpiše v sistem CMS, kjer vsak primerek pridobi svojo identifikacijsko številko. Vsakega izmed 3 primerkov obravnavamo neodvisno.

#### Matrika vzorčenja s 6 vzorci

Shema za vzorčenje s 6 vzorci se uporablja pri prejetih velikih količinah materiala ali pa gre za izredno heterogen vzorec. Osebj e analitskega laboratorija izbere 6 vzorcev od prejetega primerka za preskus, kot je to prikazano v poglavju 3.3. Prejemke za preskus osebj e analitskega laboratorija vpiše v sistem CMS, kjer vsak primerek pridobi svojo identifikacijsko številko. Vsakega izmed 6 primerkov obravnavamo neodvisno.

### **3.3 Shema vzorčenja**

#### Shema vzorčenja - 3 vzorci

V kolikor gre za rastlinski material, le tega najprej homogeno (kolikor je to mogoče) razporedimo v pravokotno obliko ter izvedemo vzorčenje v treh točkah, tako kot kaže spodnja slika (oblika V). Pri posamezni točki vzamemo več primerka za preskus, kot je to potrebno za analizo, saj ga bomo nadaljnje homogenizirali, homogeni del pa uporabili za analizo.

Slika 1: Shematski prikaz vzorčenja - 3 vzorci

V kolikor material ni rastlinski ga prav tako najprej homogeniziramo z mešanjem (primer tekočina), razdrobimo na manjše dele (primer piškot) ali kako drugače ustrezno homogeniziramo ter vzorčimo v treh čim bolj različnih točkah. Prav tako pri točkah vzorčenja vzamemo več vzorca, kot je potrebno za analizo in vsak vzet del naprej dodatno fino homogeniziramo v manjše dele ali intenzivno zmešamo.

#### Shema vzorčenja - 6 vzorcev

Shema za vzorčenje s 6 vzorci se uporablja pri prejetih velikih količinah materiala ali pa gre za izredno heterogen vzorec (lesene bilke, lističi, vršički). Vsak izmed 6 vzorcev mora vsebovati vsaj 20g materiala (v kolikor je to mogoče), ki se nato homogenizira ter analizira.

Slika 2: Shematski prikaz vzorčenja - 6 vzorcev

|                  |                           |
|------------------|---------------------------|
| <b>VZORČENJE</b> |                           |
|                  | Šifra: <b>SOP-LAB-006</b> |
|                  | Verzija: <b>03</b>        |

V kolikor ne gre za rastlinski material, vendar je vseeno potreba po vzorčenju materiala po matriki 6 vzorcev, je pri tem potrebno material prav tako čimbolj homogenizirati ter vzorčiti v čimbolj različnih točkah (po dva vzorca na dnu in vrhu ter ob steni posode).

### 3.4 Identifikacijske oznake in potrebni komentarji pri posameznem primerku za preskus

K vsakemu vzorčenemu primerku za preskus osebje analitskega laboratorija dopiše komentar, z obrazložitvijo, da gre za vzorčenje prejetega materiala. Ob tem je potrebno v komentar primerka za preskus zapisati, da gre za vzorčni primerek za preskus. Ime posameznega vzorčnega primerka je enak kot je bil originalno prejeti material pred vzorčenjem, ob tem pa se vsakemu izmed vzorčnih primerkov doda pripono \_S1 (prvi vzorec), \_S2 (drugi vzorec), \_S3 (tretji vzorec) itd.

### 3.5 Doprinos vzorčenja k merilni negotovosti meritve

Doprinos vzorčenja k merilni negotovosti je opisan v postopku v SOP-LAB-005 ter mora biti neodvisno izračunan za vsak vzorčni primerek za preskus.

### 3.6 Dokumentiranje vzorčenja v analitskem laboratoriju

Za vsako vzorčenje v analitskem laboratoriju je potrebno izpolniti prilogo 1 tega dokumenta, prilogi pa je potrebno priložiti tudi zahtevek odjemalca za vzorčenje. Izpolnjene priloge se morajo vlagati v za-to predviden registrator, ki ga shranjuje vodja laboratorija. Zapisi morajo biti shranjeni, kot je to določeno v postopku VOD-GEN-003 - Sistem dokumentacije in SOP-LAB-003 - Tehnični zapisi.

### 3.7 Poročanje rezultatov vzorčnih primerkov

Vodja laboratorija ali tehnik v analitskem laboratoriju (ob odsotnosti vodje laboratorija) mora dati zahtevek informatiku za spremembo merilne negotovosti posameznega kanabinoida pri posameznem primerku za preskus. Zahtevek mora biti dokumentiran in priložen Prilogi 1 tega dokumenta. Po izdanem poročilu o preskusu mora osebje analitskega laboratorija (LAB) ponovno preveriti vse rezultate in vrednosti merilne negotovosti pri rezultatih meritev.

## 4. REFERENCE

- SOP-LAB-003 - Tehnični zapisi
- SOP-LAB-005 - Measurement uncertainty
- SOP-LAB-009 - Delovne naloge, odgovornosti in pooblastila
- VOD-GEN-003 - Sistem dokumentacije
- ISO 9001:2015 - Sistemi vodenja kakovosti - Zahteve
- ISO/IEC 17025:2017 - Splošne zahteve za usposobljenost preskuševalnih in kalibracijskih laboratorijev
- ISO 22000:2018 - Sistemi vodenja varnosti živil - Zahteve za vsako organizacijo v prehranski verigi
- ISO 22716:2007 - Kozmetika - Dobra proizvodna praksa (GMP) - Smernice za dobro proizvodno prakso
- Smernice z dne 19. marca 2015 o načelih dobre distribucijske prakse za zdravilne učinkovine za zdravila za uporabo v humani medicini (2015/C 95/01) (GDP)

## 5. PRILOGE

- Priloga 1: Poročilo o vzorčenju

|                  |                           |
|------------------|---------------------------|
| <b>VZORČENJE</b> |                           |
|                  | Šifra: <b>SOP-LAB-006</b> |
|                  | Verzija: <b>03</b>        |

## 6. ZGODOVINA DOKUMENTA

| Verzija | Razlog za spremembo                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Veljavno od  | Zamenjano z<br>novo verzijo<br>(datum, podpis) |
|---------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|------------------------------------------------|
| 01      | Prva izdaja                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 19. 08. 2019 | 15. 05. 2020                                   |
| 02      | <p>Spremenjena oznaka in naziv dokumenta:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- predhodna verzija: SOP-KAK-010 - Vzorčenje v kontroli kakovosti-01</li> <li>- nova verzija: SOP-LAB-006 - Vzorčenje-02</li> <li>- Dopolnitev namena dokumenta.</li> <li>- Izdelava matrike odgovornosti.</li> <li>- Podrobnejša navodila za izvedbo preko celotnega dokumenta.</li> <li>- Dodano poglavje za dokumentiranje, v katerem je podrobno opisan postopek dokumentiranja.</li> <li>- Dodano poglavje za poročanje rezultatov in merilne negotovosti pri vzorčnih primerkih za preskus.</li> </ul> | 15. 05. 2020 |                                                |
| 03      | Pregled dokumenta zaradi prihajajočega poteka veljavnosti.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |              |                                                |

|                                                                                                                               |                                                                                                                                           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p style="text-align: center;"><b>VZORČENJE</b></p> <p style="text-align: center;"><b>PRILOGA 1: Poročilo o vzorčenju</b></p> | <p style="text-align: right;"><b>Pharma  Hemp®</b></p> |
|                                                                                                                               | <p>Šifra: <b>OBR1-SOP-LAB-006</b></p>                                                                                                     |
|                                                                                                                               | <p>Verzija: <b>03</b></p>                                                                                                                 |

## POROČILO O VZORČENJU

Postopek za vzorčenje: SOP-LAB-006

Obrazložitev vzorčenja:

Izhodni vzorec (ID): \_\_\_\_\_; delovni nalog št.: \_\_\_\_\_

Datum in ura vzorčenja: \_\_\_\_\_

Lokacija vzorčenja: \_\_\_\_\_

Uporabljena shema za vzorčenje: \_\_\_\_\_ (3 vzorci / 6 vzorcev)

ID številke vzorcev po vzorčenju:

Vzorec 1: \_\_\_\_\_

Vzorec 2: \_\_\_\_\_

Vzorec 3: \_\_\_\_\_

Vzorec 4: \_\_\_\_\_

Vzorec 5: \_\_\_\_\_

Vzorec 6: \_\_\_\_\_

Vzorčenje izvajal: \_\_\_\_\_

### IZRAČUN RAZŠIRJENE MERILNE NEGOTOVOSTI ZA POSAMEZNI KANABINOID:

#### 1. Upoštevanje prispevka $u_{\text{prep}}^2$ $u_{\text{cal}}^2$ $u_{\text{rep}}^2$ glede na koncentracijo določenega kanabinoida

Prispevki so izračunani v SOP-LAB-006.

#### 2. Izračun prispevka vzorčenja k merilni negotovosti za posamezni kanabinoid ( $u_{\text{sam}}$ )

a) Izračun standardne deviacije med rezultati za vzorec:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

b) Izračun prispevka  $u_{\text{sam}*}$ :

$$u_{\text{sam}*} = \sqrt{\frac{S}{n}}$$

c) Izračun prispevka vzorčenja  $u_{\text{sam}}$ :

|                                                                                                                               |                                                                                     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| <p style="text-align: center;"><b>VZORČENJE</b></p> <p style="text-align: center;"><b>PRILOGA 1: Poročilo o vzorčenju</b></p> |  |
|                                                                                                                               | Šifra: <b>OBR1-SOP-LAB-006</b>                                                      |
|                                                                                                                               | Verzija: <b>03</b>                                                                  |

$$u_{sam} = \frac{u_{sam*}}{\bar{X}}$$

Kjer je:

- S - standardna deviacija med rezultati posameznega kanabinoida
- xi - rezultat posameznega vzorca za posamezni kanabinoid
- $\bar{X}$  - povprečni rezultat za posamezni kanabinoid

$u_{sam}$  mora biti izračunan za vsak kanabinoid, ki je bil določen v vzorcih.

V vzorcih so bili določeni naslednji kanabinoidi (obkroži):

CBDV      CBDA      CBGA      CBG      CBD      THCV      CBN      THC      CBC      THCA

### 3. Izračun $u_{sam}$ in $u_{sam}^2$ za posamezni kanabinoid:

### 4. Izračun seštevka prispevkov $u_{prep}^2$ $u_{cal}^2$ $u_{rep}^2$ in $u_{sam}^2$ za posamezni kanabinoid:

|                                                                                                                               |                                                                                                                                            |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p style="text-align: center;"><b>VZORČENJE</b></p> <p style="text-align: center;"><b>PRILOGA 1: Poročilo o vzorčenju</b></p> | <p style="text-align: center;"><b>Pharma  Hemp®</b></p> |
|                                                                                                                               | <p>Šifra: <b>OBR1-SOP-LAB-006</b></p>                                                                                                      |
|                                                                                                                               | <p>Verzija: <b>03</b></p>                                                                                                                  |

**5. Izračun  $U_c(x)$  in  $U$ :**

Izračune izvedel: \_\_\_\_\_

Izračune preveril: \_\_\_\_\_

**Komentar (morebitno odstopanje ali dodatki)**

**Poročilo o vzorčenju zaključil:** \_\_\_\_\_

**Poročilo o vzorčenju preveril:** \_\_\_\_\_

Poročilo se mora shraniti, skupaj z zahtevkom za vzorčenje in mora biti na voljo za pregled pri odjemalcu (v kolikor le-ta to zahteva).