



**Státní zdravotní ústav
Expertní skupina pro zkoušení způsobilosti**

Poskytovatel zkoušení způsobilosti akreditovaný ČIA
podle ČSN EN ISO/IEC 17043, reg. č. 7001

Šrobárova 48, 100 42 Praha 10 – Vinohrady



Závěrečná zpráva

Program zkoušení způsobilosti laboratoří

PT#V / 6 / 2017

Odběry vzorků pitné vody

Praha, září 2017

Obsah

Souhrnné informace o přípravě a hodnocení PT# V/6/2017.....	2
1 Úvod	2
2 Příprava a organizace	2
3 Metodika hodnocení	2
3.1 Hodnocení provedení odběru	2
3.2 Hodnocení kvantitativních ukazatelů	3
4 Hodnocení kola	3
4.1 Obecně	3
4.2 Dokumentace odběru	3
4.3 Čištění, dezinfekce a proplach	4
4.4 Pořadí jednotlivých činností při odběru	5
4.5 Odběr pro chemický rozbor	5
4.6 Odběr pro mikrobiologický rozbor	7
4.7 Odběr pro biologický (mikroskopický) rozbor	7
4.8 Měření teploty	8
4.9 Stanovení volného chloru	8
4.10 Přeprava vzorků do laboratoře	9
4.11 Obratnost při práci	10
4.12 Souhrnné hodnocení účasti	10
5 Literatura	10

Program zkoušení způsobilosti PT#V/6/2017 byl zaměřen na provedení odběru vzorků pitné vody v rozsahu kráceného nebo úplného rozboru podle vyhlášky č. 252/2004 Sb. Návrh a realizace zkoušení způsobilosti byla prováděna podle standardního operačního postupu SOP V/2. Program uspořádala Expertní skupina pro zkoušení způsobilosti Státního zdravotního ústavu. Toto pracoviště je akreditováno Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. jako poskytovatel zkoušení způsobilosti č. 7001. S veškerými informacemi dodanými účastníky je zacházeno jako s důvěrnými a nejsou bez souhlasu účastníka poskytovány třetím stranám.

Zprávu vypracovali: Mgr. Petr Pumann
Zprávu schválil koordinátor programu: Mgr. Petr Pumann

Datum vydání zprávy: 27. 9. 2017

Souhrnné informace o přípravě a hodnocení PT# V/6/2017

Název: Odběry vzorků pitné vody
Označení: PT#V/6/2017
Účel PT: odběry vzorků pitné vody do vlastních vzorkovnic v rozsahu kráceného nebo úplného rozboru podle vyhlášky č. 252/2004 Sb. včetně stanovení volného chloru na místě odběru
Návrh a realizace PT: dle SOP V/2
Poskytovatel: Státní zdravotní ústav, Expertní skupina pro zkoušení způsobilosti, Šrobárova 48, Praha 10, 100 42, tel.: + 420 267082514, fax.: + 420 267082271
Vedoucí ESPT: Ing. Věra Vrbíková
Koordinátor: Mgr. Petr Pumann
Termín konání: 14. 3. 2017
Místo konání: Státní zdravotní ústav, Šrobárova 48, Praha; budova č. 5, 1. patro
Počet účastníků: 10
Průběh PT: každý účastník předvedl před auditorem techniku odběru pro stanovení mikrobiologických (biologických) a fyzikálně-chemických ukazatelů a stanovil volný chlor
Zabezpečení kvality: kontrola stability zdroje prováděním kontrolních stanovení volného chloru a měření
Předání výsledků: předání vyplněných odběrových protokolů přímo na místě konání
Způsob vyhodnocení výsledků: Odběr pitné vody podle záznamu na checklistu a odběrovém protokolu dle předem stanovených závažných nedostatků; Volný chlor za vyhovující jsou považovány hodnoty z-score ležící v intervalu $z \leq z $, vztažná hodnota - robustní průměr z výsledků účastníků. Jako vztažná odchylka byla použita robustní směrodatná odchylka z výsledků účastníků rozšířená na 10 % vztažné hodnoty (tzn. správné hodnoty leží v intervalu ± 20 % vztažné hodnoty).
Termín vydání zprávy: 27. 9. 2017

1 Úvod

Program zkoušení způsobilosti Odběr vzorku pitné vody je pořádán od roku 2003. V tomto kole účastníci předváděli odběr vzorku v rozsahu kráceného nebo úplného rozboru podle vyhlášky č. 252/2004 Sb. [1] a stanovovali volný chlor. Hodnocení programu je tím pádem zaměřeno především na provedení odběru (vybavení a techniku vzorkařů a) a hodnocení naměřených hodnot u volného chloru.

I když má program již celkem stabilizovanou podobu, budeme vděčni za jakékoli připomínky a náměty na jeho zlepšení. Sdělte nám je prosím na e-mail: petr.pumann@szu.cz nebo telefonní číslo 267082220. **Zároveň se velmi omlouváme za značné zpoždění, se kterým se vám tato zpráva dostává do rukou.**

2 Příprava a organizace

Návrh a realizace programu zkoušení způsobilosti vychází z postupu organizátora – SOP V/2. Toto kolo zkoušení způsobilosti se konalo, na rozdíl od několika předchozích kol, pouze v Praze na Státním zdravotním ústavu (v budově č. 5, 1. patře, místnost 115 – odběrové místo 1). Celkem se účastnilo 10 odběrových skupin. Každý účastník předvedl před auditorem (Mgr. Petr Pumann, Mgr. Lenka Němečková, Ing. Filip Kotal, Ph.D.) techniku odběru pro stanovení mikrobiologických, biologických, fyzikálně-chemických a sensorických ukazatelů a stanovil na místě odběru ukazatel volný chlor. Auditóři vedli o průběhu odběru podrobný záznam, tzv. checklist. Na místě po ukončení odběru účastníci odevzdali vyplněný odběrový protokol, který společně se záznamem auditorů sloužil jako podklad pro konečné hodnocení účastníka. Kromě povinného stanovení volného chloru na místě odběru bylo zařazeno také stanovení volného chloru v uměle připraveném vzorku.

3 Metodika hodnocení**3.1 Hodnocení provedení odběru**

Předem bylo určeno, které chyby při hodnocení budou považovány za zásadní a znamenají neúspěch účastníka v patřičné části programu. Hodnocení se skládá ze dvou oddělených částí. Soupis zásadních nedostatků je uveden v tabulce 1.

Tabulka 1. Soupis zásadních nedostatků při provedení odběru.

Odběr	Zásadní nedostatek
odběr pro biologický a mikrobiologický rozbor	nesterilní vzorkovnice (MB)
	chybné plnění vzorkovnic
	výplach vzorkovnice před odběrem
	absence thiosíranu sodného ve vzorkovnici před odběrem
	manipulace při odběru vedoucí ke kontaminaci vzorku (MB)
	neoznačené vzorkovnice
odběr pro chemický rozbor (základní chemický rozbor, kovy, TOL, PAU, pesticidy, senzorika)	významná neobratnost při práci
	neoznačené vzorkovnice
	nepoužití vhodné konzervace vzorků
	chybné plnění vzorkovnic
pořadí odběru	významná neobratnost při práci
přeprava vzorku do laboratoře	nehodné pořadí odběru vzhledem k možné kontaminaci
dokumentace	přeprava vzorků bez účinného chlazení
	neexistence odběrového protokolu nebo jeho naprostá nevhodnost pro daný účel

Stanovení volného chlóru	Zásadní nedostatek
stanovení volného chlóru	významná neobratnost při práci
	alespoň jedno z-skóre individuálního výsledku je mimo interval <-2;2>

3.2 Hodnocení kvantitativních ukazatelů

Hodnocení kvantitativních ukazatelů (stanovení volného chlóru) jsme provádíme pomocí z-skóre podle vztahu:

$$z = (X - x) / \sigma$$

kde X = výsledek uvedený laboratoří, x = vztažná hodnota (přijata referenční hodnota), σ = cílová hodnota směrodatné odchylky. Z-skóre je interpretováno následujícím způsobem:

$ z \leq 2$	uspokojivé
$2 < z < 3$	sporné
$ z \geq 3$	nespokojivé

Vztažná hodnota a cílová směrodatná odchylka jsou vypočítány jako robustní průměr, respektive jako robustní směrodatná odchylka z výsledků zúčastněných laboratoří. Informace o výpočtu robustního průměru a robustní směrodatné odchylky lze najít např. v ČSN ISO 5725-5 [13]. Vztažná odchylka u stanovení volného chlóru v umělém vzorku byla koordinátorem rozšířena kvůli jejich malému počtu, který je podle ISO 13528 [14] nutno při výpočtu vztažné odchylky zohlednit.

4 Hodnocení kola

4.1 Obecně

Rozsah ukazatelů a četnost jejich stanovení, výběr míst odběru apod. jsou popsány ve vyhlášce č. 252/2004 Sb. [1] (dále jen vyhláška). V tomto programu se zaměřujeme především na správné technické provedení odběru, které vyhláška až výjimky nespécifikuje, ale odkazuje se na metody obsažené v českých technických normách. Jako příklad jsou uvedeny tři normy ČSN ISO 5667-5 [4], EN ISO 5667-3 [3] a ČSN ISO 5667-14 [5]. K nim je nutno přidat i normu ČSN EN ISO 19 458 [6] a rovněž ČSN EN ISO 5667-1 [2]. Jako stěžejní pro provedení odběru je nutno považovat ČSN ISO 5667-5 [4], kde je podrobně popsán postup odběru pitné vody a ČSN EN ISO 19 458 [6], ve které jsou uvedena specifika pro odběr vzorků pro mikrobiologický rozbor.

4.2 Dokumentace odběru

S výjimkou účastníka 1105 měli s sebou všichni dokumentaci k odběru vzorků (SOP, případně další jako plán odběru) a vyplňovali odběrové protokoly. Protokoly jsou z laboratoří dobře připraveny tak, aby na místě odběru bylo potřeba minimum zápisu. Jedná se většinou o jednostránkové formuláře, kde se na místě vybírá z předepsaných variant a doplňují naměřené hodnoty apod. Nechybí ani údaje o předání vzorku do laboratoře. Ve dvou případech byl protokol přímo na místě vyplňován elektronicky. Neexistence odběrového protokolu u účastníka 1105 je nutno považovat za zásadní nedostatek.

Všichni účastníci měli vzorkovnice vhodně označené a z odběrových protokolů (s výjimkou lab. 1105, která jak je uvedeno výše odběrový protokol neměla) bylo patrné, kdo prováděl odběr / stanovení na místě odběru.

4.3 Čištění, dezinfekce a proplach

Vyhláška neřeší ani čištění a dezinfekci kohoutku, ani neuvádí, zda má být před odběrem proveden proplach. Norma ČSN ISO 5667-5 [4] uvádí v kapitole 6.4.1 Vodovodní kohoutky – „Pokud má být kontrolována jakost vody tak, jak je dodávána ke spotřebiteli, potom mají být kohoutky čištěny a proplachovány jednotně po dobu 2 min až 3 min nebo déle, pokud je to nutné, aby bylo dosaženo konstantní teploty před odběrem vzorků. Pokud se odebírají vzorky pro mikrobiologickou analýzu, mají se kohoutky čistit, dezinfikovat a proplachovat. Během odběru má být průtok vody kohoutkem stálý.“ ČSN EN ISO 19458 [6] uvádí, že „způsob odběru vody z vodovodního kohoutku se liší dle účelu vyšetření:

- stanovení jakosti vody v rozvodném potrubí – je nutné odstranit všechna připojená zařízení, dezinfikovat kohoutek, propláchnout
- zjištění jakosti vody, která je dodávána do kohoutku – je nutné odstranit všechna připojená zařízení, dezinfikovat kohoutek a propláchnout pouze minimálně (k odstranění vlivu dezinfekce)
- zjištění jakosti vody, která vytéká z kohoutku – neodstraňují se připojená zařízení, nedezinfikuje se, neproplachuje se“

Doposud nebylo určeno, který postup z ČSN EN ISO 19458 [6] se má odběr pitné vody pro podle vyhlášky č. 252/2004 Sb. použít. Většina laboratoří (včetně všech účastníků v tomto kole) používá postup a) (tedy včetně proplachu). Proplach prováděli všichni účastníci odtočením vody do ustáleného stavu, což kontrolovali měřením teploty (kap. 4.8).

Novela příloh evropské směrnice 98/83/ES (vydaná pod č. 2015/1787) uvádí že „vzorky pro ověření souladu mikrobiologických ukazatelů v místě dodržování hodnot jsou odebírány a zachází se s nimi podle normy EN ISO 19458, účelu vzorkování B.“ Toto ustanovení si do budoucna vyžádá změny v pořadí jednotlivých úkonů při odběru. Novelizace legislativy se však promítne i do dalších částí odběru (včetně rozsahu odebíraných ukazatelů).

V rámci tohoto kola zkoušení způsobilosti bylo požadováno předvést všechny běžně prováděné úkony, tedy i úpravu odběrového kohoutku před samotným odběrem vzorků, jejichž souhrn je uveden v tabulce 2. Všichni účastníci na místě předvedli odstranění perlátoru. Očištění kohoutku nepředvedl žádný z účastníků. Kohoutek však byl podle našeho názoru v dobrém stavu a čištění nevyžadoval. S některými účastníky byl způsob čištění v případě, že by byl kohoutek znečištěn, diskutován.

Dezinfekci kohoutku provedli všichni účastníci většinou těsně před odběrem vzorků pro mikrobiologický rozbor (kap. 4.4). Dezinfekční přípravek byl na kohoutek v devíti případech aplikován jako postřík, jednou byly použity dezinfekční ubrousky. Diskutabilní je doba, po kterou má dezinfekční přípravek působit. ČSN EN ISO 19458 [6] uvádí, že kohoutky, které není možné opálit, se dezinfikují ponořením na 2 – 3 minuty do kádinky s roztokem chlornanu (1 g/l), etanolu (70%) nebo isopropanolu (70%). Většina účastníků však použila k dezinfekci různé komerční přípravky (směsi různých látek), u nichž je nejkratší uvedená doba působení uváděno 30 sekund. Někteří účastníci však nechali působit přípravek jen po dobu několika sekund, což sice nepovažujeme za zásadní nedostatek, ale doporučujeme účastníkům čas prodloužit.

Tabulka 2. Čištění, dezinfekce a proplach prováděný účastníky.

kód	rozbor	odstranění perlátoru	odběr pro Cu, Ni, Pb	očištění kohoutku	odtočení vody	dezinfekce kohoutku	přípravek	doba působení
966	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desprej	< 1/2 min
992	úplný	ano	ne	bez očištění	T	postřík	Desprej	< 1/2 min
1002	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desprej	< 1/2 min
1073	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desident	pár sekund
1084	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	70% etanol	> 1/2 min
1105	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desident	> 1/2 min
1129	úplný	ano	ne	bez očištění	T	otěr	Kodan (ubrousky)	> 1/2 min
1170	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desident	pár sekund
1231	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	Desident	> 1/2 min
1245	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřík	70% etanol	> 1/2 min

Poznámky: KR – krácený rozbor; T – odtočení do konstantní teploty

4.4 Pořadí jednotlivých činností při odběru

Pořadí, v jakém odebírat vzorky pro stanovení různých ukazatelů a provádět další činnosti související s odběrem, jsou popsány jednak v ČSN ISO 5667-5 [4], částečně také ve vyhlášce [1].

Vyhláška v příloze 1 v poznámce 26 určuje, že pro ukazatele **měď, olovo a nikl** by mělo být odebráno prvních 1000 ml vody bez očištění kohoutku, bez předchozího odpouštění vody nebo odběru vzorků vody na stanovení jiných ukazatelů. Tento způsob odběru, který se v rámci tohoto kola týkal pouze dvou účastníků provádějících úplný rozbor, nepředvedl ani jeden z nich. S účastníkem 1129 byla tato problematika diskutována. Zákazníci (provozovatelé vodovodů, kteří nemají vlastní laboratoř) prý nemají zájem o odběr těchto kovů bez odtočení. Vloni ze šesti účastníků provádějících úplný rozbor, předvedl odběr prvního podílu jen jeden účastník. Je tedy zřejmé, že tento požadavek legislativy je ve většině případů opomíjen.

ČSN ISO 5667-5 [4] uvádí v článku 9.4, že „*pořadí, v němž jsou vzorky odebírány, má být založeno na účelu odběru a na možnosti křížové kontaminace nebo jiných nepříznivých vlivů ...*“. V této normě je rovněž navrženo pořadí v jakém mají být jednotlivé úkony provedeny. Většina účastníků se rámcově postupu držela (tab. 3). Diskutovat by bylo možné o odběru vzorku pro stanovení celkového organického uhlíku, který by měl předcházet čištění kohoutku (jen po proplachu). Vzhledem k tomu, že kohout nebyl čištěn, tak to nepovažujeme za nutné. Navíc nám důvody tohoto ustanovení uváděné v normě (že TOC může být „*nepříznivě ovlivněn použitím tkaniny navlhčení isopropanolem*“) připadají přehnaně úzkostlivé. Pokud je kohoutek po očištění dostatečně propláchnut nepovažujeme za pravděpodobné, že by mohl být celkový organický uhlík významně ovlivněn, stejně tak vzorek pro senzorickou analýzu, který následuje po dezinfekci.

Tabulka 3. Pořadí dílčích činností při odběru

Kód	Pořadí						
966	čištění	desinfekce	chlor	chemie	senzorika		MB/B
992	čištění	desinfekce	chlor	chemie	senzorika	desinfekce	MB/B
1002	čištění		chlor	senzorika	chemie	desinfekce	MB/B
1073	čištění		chemie	senzorika	chlor	desinfekce	MB/B
1084	čištění		chemie	chlor		desinfekce	MB/B sensorika
1105	čištění	desinfekce	chemie	chlor			MB/B
1129	čištění		chemie	chlor	senzorika	desinfekce	MB/B
1170	čištění		chemie	senzorika		desinfekce	chlor MB/B
1231	čištění		chlor	chemie	senzorika	desinfekce	MB/B
1245	čištění		chlor	senzorika	chemie	desinfekce	MB/B

(čištění – odstranění perlátoru a případné očištění mechanických nečistot)

4.5 Odběr pro chemický rozbor

Vzorky odebírali účastníci do několika samostatných vzorkovnic, jejich počet závisel na zvoleném rozsahu (odběr pro krácený nebo úplný rozbor) a také na instrukcích analytické, případně subdodavatelské laboratoře.

Tabulka 4. Odběr a vzorkovnice pro základní chemický rozbor

kód	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	přetečení 2x	bublina	označení
966	plast	500	ne	ano	ne	ne	ano
992	sklo	1000+500	ne	ano	ne	ne	ano
1002	plast	500	ne	ano	ne	ne	ano
1073	plast	1000	ne	ano	ne	ne	ano
1084	sklo	1000	ne	ano	ano	ne	ano
1105	sklo	1000	ne	ne	ne	ne	ano
1170	plast	2x1000	ne	ano	ano	ne	ano
1129	plast	2000	ne	ano	ano	ne	ano
1231	plast	500	ne	ano	ne	ne	ano
1245	sklo	1000	ne	ano	ano	ne	ano

ZCHR. Vzorky byly odebírány do plastových i skleněných vzorkovnic, účastníci volili vyplachování vzorkovnic před naplněním dle svých zavedených postupů. Devět účastníků vzorkovnice vyplachovalo. Vzorkovnice plnili všichni bez ponechání vzduchové bubliny. Normy ČSN ISO 5667 [3, 4] a metodické normy pro stanovení jednotlivých ukazatelů (např. barva, dusitany) požadují úplné naplnění vzorkovnic a ověření zda se nenachází vzduchové bubliny, čímž se má omezit interakce s plynnou fází a minimalizovat míchání vzorku během přepravy. V případě odběru vzorku pro ukazatele, kde by mohlo dojít ke změně vlivem styku s plynnou fází se doporučuje plnění vzorkovnice mírným proudem vody s přetečením vody nejméně dvojnásobným objemem, což provedli jen čtyři účastníci.

Kovy. Většina účastníků odebírala vzorky pro stanovení kovů do samostatných vzorkovnic (v některých případech i do více samostatných vzorkovnic) s přidavkem kyseliny nebo uváděli, že okyselení provádí až v laboratoři. Konzervace vzorku pro stanovení kovů okyselením je nutná z důvodu zamezení adsorpce kovu na povrch vzorkovnice. Někteří účastníci uváděli, že konzervaci provádějí až v laboratoři. Je samozřejmě možné, že konzervaci až v laboratoři provádí i v laboratořích účastníků, kteří uvedli, že vzorky nekonzervují (vzorkař nemusí vědět, zda jiný pracovník v laboratoři vzorek konzervuje). Přesto by v případech, kdy vzorek je konzervován až v laboratoři, bylo vhodné mít ověřeno, že ke ztrátám nedochází nebo jsou zanedbatelné. Materiál vzorkovnic byl v souladu s ČSN EN ISO 5667-3 vždy plast, u rtuti sklo (přípustné i sklo).

Tabulka 5. Odběr vzorků pro stanovení kovů, pokud nebyly odebírány do stejné vzorkovnice se ZCHR.

kód	analyt	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
966	Fe a Mn	plast	100	ne	ano	ne	ano
992	kovy	plast	100	laboratoř	ano	ne	ano
	Hg	sklo	100	ne	ano	ne	ano
1002	kovy	plast	100	ne	ne	ne	ano
1084	kovy	plast	100	ano	ne	ano	ano
1105	kovy	plast	250	laboratoř	ne	ne	ano
1170	kovy	plast	250	ano	ne	ano	ano
	Al	plast	100	laboratoř	ne	ne	ano
1129	kovy	plast	1000	ano	ne	ano	ano
	K, Na a Ca	plast	500	ano	ne	ano	ano
	Fe	plast	500	ano	ne	ano	ano
	Hg	sklo	500	ano	ne	ano	ano
1231	Fe	plast	100	ne	ano	ne	ano
1245	Fe	plast	2x100	ano	ne	ano	ano

ChSK_{Mn} a TOC. Čtyři účastníci odebírali vzorky pro stanovení ChSK_{Mn} (TOC) do samostatné vzorkovnice, přičemž dva z nich měli ve vzorkovnici předem nadávkované konzervační činidlo (tab. 6).

Tabulka 6. Odběr vzorků pro ChSK_{Mn} a TOC

kód	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
966	sklo	100	ne	ano	ne	ano
992	sklo	100	ne	ano	ne	ano
1170	sklo	100	ano	ne	ano	ano
1129	sklo	100	ano	ne	ano	ano

Senzorika. Šest účastníků provádělo senzorické zkoušení na místě (tab. 7). Ze zbývajících čtyř účastníků tři odebírali vzorky do samostatných vzorkovnic bez ponechání bubliny (tab. 8). Jako menší problém lze vnímat, že vzorkovnice u některých účastníků byly příliš naplněny (více než z jedné poloviny) nebo že nebyla k dispozici bezpachová voda na porovnání.

Tabulka 7. Odběr vzorků a provedení senzorického zkoušení na místě

kód	vzorkovnice pro pach	vypláchnutí	naplnění	porovnávací voda	zkoušení chuti na místě	pach (výsledek)	chuť (výsledek)
966	250 ml široké hrdlo	ano	více než 1/2	ano	ne	příjemný	X
1002	500 ml široké hrdlo	ano	více než 1/2	ne	ano	příjemný	příjemná
1073	500 ml široké hrdlo	ano	více než 1/2	ano	ano	příjemný	příjemná
1129	250 ml široké hrdlo	ano	cca 1/3	ano	ano	příjemný	příjemná
1231	250 ml široké hrdlo	ano	cca 1/3	ne	ano	příjemný	příjemná
1245	250 ml široké hrdlo	ano	více než 1/2	ano	ne	příjemný	X

Tabulka 8. Odběr vzorků pro senzorické zkoušení v laboratoři

Kód	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
992	sklo	1000	ne	ano	ne	ano
1084	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1170	plast	2x500	ne	ne	ne	ano

PAU a pesticidní látky. Vzorky pro tato stanovení odebírali účastníci do samostatných skleněných vzorkovnic. Norma ČSN 75 7554 [10] vyplachování nedoporučuje, což oba účastníci dodrželi. Vzorkovnice byly plněny bez ponechání vzduchové bubliny.

TOL. Obě laboratoře odebírající vzorky v rámci úplného rozboru plnili vzorkovnice bez ponechání vzduchové bubliny. Jeden s vyplachováním vzorkovnice, druhý bez něj. Oba účastníci použili thiosíran sodný k dechloraci.

Další látky. Do samostatných vzorkovnic byly v rámci úplného rozboru odebírány i vzorky pro kyanidy, bromičnany a vinylchlorid.

Tabulka 9. Odběr pro další chemické ukazatele v rámci úplného rozboru

kód	analyt	thiosíran	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
992	PAU	ano	sklo	2000	ne	ne	ne	ano
	TOL	ano	sklo	100	ne	ano	ne	ano
	pesticidy (triaziny)	ano	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
	glyfosát + AMPA		plast	500	laboratoř	ne	ano	ano
	kyanidy	ano	plast	500	ne	ne	ne	ano
	bromičnany		sklo	100	ne	ano	ne	ano
	vinylchlorid	ano	sklo	40	ne	ne	ne	ano
1129	PAU	ano	sklo	1000	ne	ne	ano	ano
	TOL	ano	sklo	2x40	ne	ne	ne	ano
	pesticidy	ano	sklo	100	ano	ne	ano	ano
	kyanidy		plast	500	ano	ne	ano	ano

4.6 Odběr pro mikrobiologický rozbor

Desinfekci kohoutku před odběrem pro mikrobiologický rozbor provedli všichni účastníci. Většina bezprostředně před odběrem (kap. 4.3). Odběr vzorků pro mikrobiologický rozbor se provádí do sterilní vzorkovnice (skleněné nebo plastové), obvykle se dává přednost sklu pro možnost jeho opětovného použití. Uzávěry mohou být skleněné nebo plastové pro skleněné vzorkovnice, pro plastové vzorkovnice ve formě zamačkávacích víček. Pro oba druhy vzorkovnic se mohou používat plastová či kovová víčka se závitem [6]. Pokud je voda chlorována (což byl i případ vody odebírané v rámci tohoto kola zkoušení způsobilosti) musí vzorkovnice obsahovat činidlo k neutralizaci chloru (na každých 100 ml vzorku se přidává 0,1 ml 1,8 % pentahydrátu thiosíranu sodného) – přidáváno před sterilizací.

Během plnění vzorkovnice nesmí přijít část zátky, která je uvnitř vzorkovnice, s ničím do kontaktu. Při odběru vzorku je nutné ponechat ve vzorkovnici malý nezaplňný prostor, aby bylo možno před započítáním analýzy vzorek řádně protřepat. Po naplnění se vzorkovnice mají ihned neprodyšně uzavřít (až do otevření v laboratoři) a otvory se zátkou mají být kryty k ochraně před kontaminací, např. hliníkovou fólií.

Všichni účastníci použili sterilní vzorkovnice s předem přidaným dechloračním činidlem, které také správně plnili, tj. s ponecháním vzduchové bubliny a bez vyplachování (tab. 10).

Tabulka 10. Odběr vzorků pro mikrobiologický rozbor

kód	vzorkovnice	sterilní vzorkovnice	dechlorace předem	vypláchnutí vzorkovnice	ponechání bubliny	sterilní zacházení	označená vzorkovnice
966	plastová	ano	ano	ne	ano	ano	ano
992	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1002	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1073	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1084	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1105	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1129	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1170	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1231	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1245	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano

4.7 Odběr pro biologický (mikroskopický) rozbor

Odběr vzorků pro stanovení mikroskopického obrazu je vyžadován v případě úplného rozboru, v rámci kráceného rozboru pouze pokud je zdrojem povrchová voda, případně je možnost ovlivnění podzemní vody vodou povrchovou. Odběr se řídí pravidly uvedenými v obecných odběrových normách a je upřesněn v ČSN 75 7712 [8]. V ČSN 7 Podle této normy mají být vzorkovnice plněny do 4/5 objemu a přepravovány a uchovávány ve tmě při teplotě 1 – 5 °C. Pokud je voda chlorována (což byl i případ vody odebírané v rámci tohoto kola) musí vzorkovnice obsahovat činidlo k neutralizaci chloru (na každých 100 ml vzorku se přidává 0,1 ml 1,8 % pentahydrátu thiosíranu sodného). Odběr do samostatných vzorkovnic předvedli 4 účastníci. Ostatní účastníci použili vzorek ze vzorkovnice pro stanovení mikrobiologických ukazatelů.

Tabulka 11. Odběr vzorků pro biologický (mikroskopický) rozbor

kód	rozbor	společná pro MB	vzorkovnice	vypláchnutí vzorkovnice	dechlorace předem	ponechání bubliny	označená vzorkovnice
992	úplný	ano	skleněná	ne	ano	ano	ano
1084	krácený - povrchová	ne	skleněná	ne	ano	ano	ano
1170	krácený - povrchová	ano	skleněná	ne	ano	ano	ano
1073	krácený - povrchová	ne	plastová	ne	ano	ano	ano
1129	úplný	ne	plastová	ne	ano	ano	ano
1245	krácený - povrchová	ne	skleněná	ne	ano	ano	ano

Společná pro MB (mikrobiologický rozbor)

ano – vzorek odebrán do jedné vzorkovnice pro společný mikrobiologický a biologický rozbor

4.8 Měření teploty

Kontrolu ustáleného stavu při odtáčení vody před zahájení odběrů provedlo všech 10 účastníků měření teploty. Všichni použili digitální teploměry s přesností na 0,1 °C. Jedna polovina účastníků měřila teplotu v proudu vody, druhá v nádobě s protékající vodou (tab. 12)

Tabulka 12. Měření teploty účastníky

kód	teploměr	dělení (°C)	způsob měření	naměřená teplota (°C)
966	digitální	0,1	nádoba v proudu	12,1
992	digitální	0,1	do proudu	11,1
1002	digitální	0,1	nádoba v proudu	11,5
1073	digitální	0,1	do proudu	11,3
1084	digitální	0,1	nádoba v proudu	12,4
1105	digitální	0,1	do proudu	13,0
1129	digitální	0,1	nádoba v proudu	11,4
1170	digitální	0,1	do proudu	14,0
1231	digitální	0,1	do proudu	10,9
1245	digitální	0,1	nádoba v proudu	12,1

4.9 Stanovení volného chloru

Stanovení volného chloru bylo prováděno jak v rámci předváděného odběru tak v uměle připraveném vzorku. K měření volného chloru byly nejčastěji používány přístroje Hach. Všichni účastníci dodrželi čas měření do jedné minuty po přidání činidla (tab. 13).

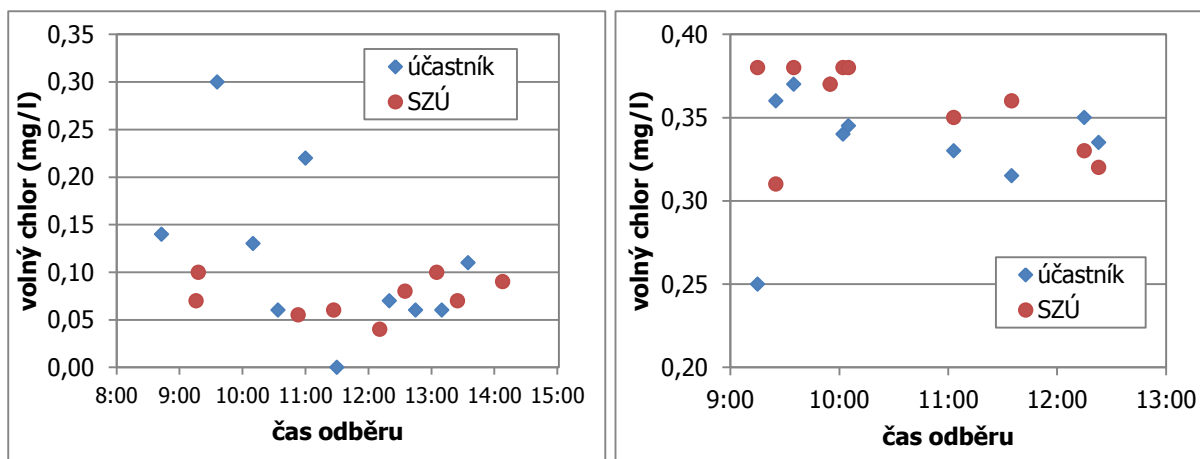
Pro kontrolu stability vody ve vodovodní síti laboratoř SZÚ prováděla průběžně kontrolu koncentrace volného chloru ze stejného odběrového místa (tj. kohoutku v laboratoři 115) jako účastníci (obr. 1). Vzhledem k tomu, že koncentrace volného chloru měřené laboratoří SZÚ kolísaly mezi 0,04 a 0,10 mg/l a první čtyři účastníci naměřili vyšší hodnoty než zbývajících šest, rozhodli jsme se výsledky ve vodovodní vodě nehodnotit pomocí z-skore, ale zobrazit je pouze pro informaci.

Umělý vzorek byl připraven z chlornanu sodného a rozplněn ráno před začátkem akce do 15 vzorkovnic. Pro kontrolu stability a homogenity uměle připravených vzorků bylo provedeno pracovníkem laboratoře SZÚ (pí. Dvořáková) stanovení ze stejné vzorkovnice, ze které prováděl rozbor účastník (obr. 1 a 2). Vztažná hodnota a cílová směrodatná odchylka pro ukazatele volný chlor v uměle připraveném vzorku byly určeny jako robustní průměr a robustní směrodatná odchylka ze souboru výsledků účastníků (obr. 2 a 3).

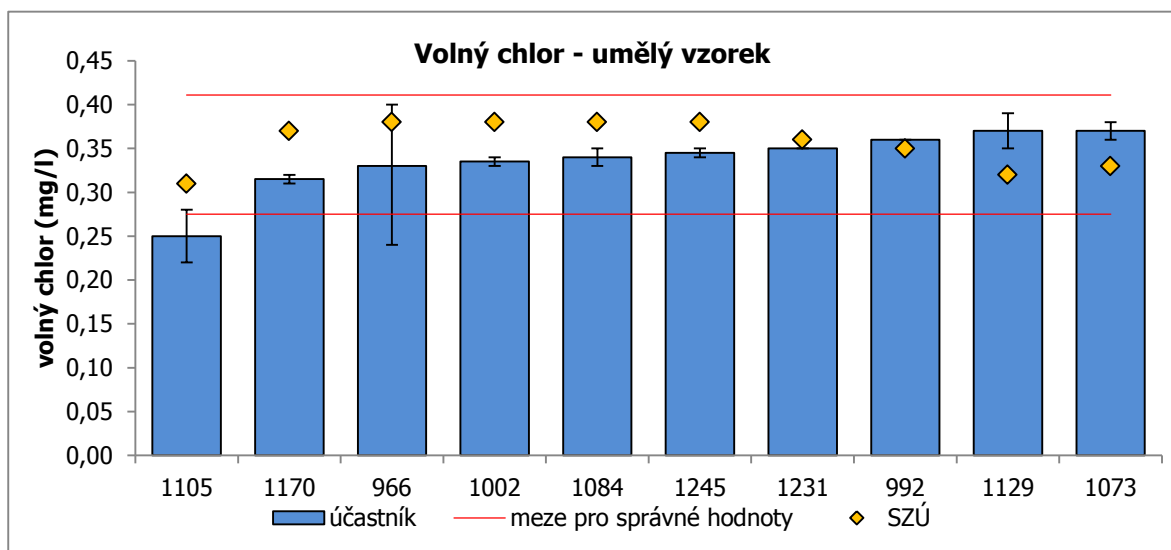
Tabulka 13. Stanovení volného chloru

kód	přístroj	odpovědnost za měření	změřeno do 1 minuty	vodovod		Umělý vzorek*	
				čas	mg/l	čas	mg/l
966	Hach	ano	ano	12:45	0,06	9:25	0,33
992	Hach	ano	ano	8:43	0,14	9:55	0,36
1002	Hach	ano	ano	13:35	0,11	9:35	0,335
1073	Hach	ano	ano	10:10	0,13	10:02	0,37
1084	Hach	ano	ano	10:34	0,06	10:05	0,34
1105	Hach	ano	ano	11:30	0	9:15	0,25
1129	Merck	ano	ano	9:36	0,3	11:35	0,37
1170	Hach	ano	ano	12:20	0,07	11:03	0,315
1231	Hach	ano	ano	13:10	0,06	12:23	0,35
1245	Hach	ano	ano	11:00	0,22	12:15	0,345

* průměr ze dvou měření



Obr. 1. Časový průběh koncentrací volného chloru v reálných vzorcích z vodovodu v místnosti 115 (vlevo) i v uměle připravených vzorcích (vpravo)



Obr. 2. Výsledky účastníků (včetně hodnot paralelních stanovení) v uměle připravené vzorku a souběžné měření laboratoře SZÚ ze stejné vzorkovnice

Tabulka

V	lab	výsledek (mg/l)	z-score	-4	-3	-2	-1	0	1	2	3	4
?	1105	0.25	-2.71									
X	1170	0.32	-0.82									
X	966	0.33	-0.38									
X	1002	0.34	-0.23									
X	1084	0.34	-0.09									
X	1245	0.35	0.06									
X	1231	0.35	0.20									
X	992	0.36	0.50									
X	1129	0.37	0.79									
X	1073	0.37	0.79									

pčet laboratoří: 10
z toho vyhovuje: 9
z toho nevyhovuje: 1

vztažná hodnota: 0,343 mg/l
vztažná odchylka: ±20%
interval správných hodnot: 0,275 - 0,411 mg/l

X-vyhovuje, ? - sporné, ! - nevyhovuje

Obr. 3. Hodnocení výsledků účastníků v uměle připravené vzorku pomocí z-skore

4.10 Přeprava vzorků do laboratoře

Všichni účastníci ukládali vzorky do termoboxů či termotašek s účinným chlazením. Data logger, případně minimo-maximální teploměr pro záznam teploty během transportu mělo k dispozici 6 účastníků. Uložení teploměru v boxu bylo zpravidla volné, ve dvou případech v nádobě, což považujeme za vhodnější (k vyloučení ovlivnění záznamu přímým kontaktem s namraženou vložkou). Účastníci 966, 1002 a 1231 kontrolu teploty řeší kontrolou stavu vložek po příjezdu do laboratoře (zda jsou ještě namražené).

4.11 Obratnost při práci

Při kontrolování postupu odběru jednotlivými účastníky nebyly zaznamenány žádné výraznější problémy.

4.12 Souhrnné hodnocení účasti

Souhrnné hodnocení provedení odběru a stanovení volného chloru v uměle připraveném vzorku je uvedeno v tabulce 14. Neuspěl pouze účastník 1105, který neměl odběrový protokol, a jehož výsledky stanovení volného chloru byly mimo meze pro správné hodnoty.

Tabulka 14. Souhrnné hodnocení účasti v tomto kole programu

kód	odběr vzorků pitné vody	stanovení volného chloru (umělý vzorek)
966	+	●
992	+	●
1002	+	●
1073	+	●
1084	+	●
1105	-	⊙
1129	+	●
1170	+	●
1231	+	●
1245	+	●

Legenda

- z-skóre $|z| \leq 2$
- ⊙ z-skóre $2 < |z| < 3$
- z-skóre $|z| \geq 3$
- nevyhovuje
- + vyhovuje

5 Literatura

1. Vyhláška MZ č. 252/2004 Sb. v platném znění o hygienických požadavcích na pitnou a teplou vodu a četnost a rozsah kontroly pitné vody
2. ČSN EN ISO 5667-1 Jakost vod. Odběr vzorků. Část 1: Návod pro návrh programu odběru vzorků a pro způsoby odběru vzorků (2007)
3. ČSN EN ISO 5667-3 Kvalita vod. Odběr vzorků. Část 3: Konzervace vzorků a manipulace s nimi (2013)
4. ČSN ISO 5667-5 Jakost vod. Odběr vzorků. Část 5: Návod pro odběr vzorků pitné vody z úpraven vody a z vodovodních sítí (2008)
5. ČSN ISO 5667-14 Jakost vod. Odběr vzorků. Část 14: Pokyny k zabezpečení jakosti odběru vzorků vod a manipulace s nimi (2017)
6. ČSN EN ISO 19458 Jakost vod. Odběr vzorků pro mikrobiologickou analýzu (2007)
7. ČSN 75 7342 Jakost vod. Stanovení teploty (2013)
8. ČSN 75 7712 Jakost vod. Biologický rozbor - Stanovení biosestonu (2013)
9. ČSN ISO 7393-2 Jakost vod. Stanovení volného a celkového chloru. Část 2: Kolorimetrická metoda s N,N-diethyl-1,4-fenylendiaminem pro běžnou kontrolu (1995)
10. ČSN 75 7554: Jakost vod – Stanovení vybraných polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) – Metoda HPLC s fluorescenčním, a metoda GC s hmotnostním detektorem (1998)
11. ČSN EN 1622: Jakost vod. Stanovení prahového čísla pachu (TON) a prahového čísla chuti (TFN) (2007)
12. TNV 75 7340: Jakost vod. Metody orientační sensorické analýzy (2005)
13. ČSN ISO 5725-5 Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 5 Alternativní metody pro stanovení shodnosti normalizované metody měření (1999).
14. ISO 13528 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison (2015).