



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 / 2018

Odběry vzorků pitné vody

Praha, září 2018

Obsah

Souhrnné informace o přípravě a hodnocení PT# V/6/2018.....	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	8
4.8 Měření teploty	8
4.9 Stanovení volného chloru	9
4.10 Přeprava vzorků do laboratoře	10
4.11 Obratnost při práci	10
4.12 Souhrnné hodnocení účasti	10
5 Literatura	11

Program zkoušení způsobilosti PT#V/6/2018 byl zaměřen na provedení odběru vzorků pitné vody v rozsahu kráceného nebo úplného rozboru podle vyhlášky č. 252/2004 Sb. [1]. 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, Ing. Lenka Bendakovská, Ing. Filip Kotal, Ph.D.,
Alena Dvořáková, RNDr. Dana Baudišová, Ph.D.
Zprávu schválil koordinátor programu: Mgr. Petr Pumann

Datum vydání zprávy: 14. 9. 2018

Datum vydání opravené zprávy: 9. 10. 2018*

* Oprava se týkala tab. 2 na str. 4, kdy u účastníka 992 byl špatně uveden čas působení dezinfekce kohoutku.

Souhrnné informace o přípravě a hodnocení PT# V/6/2018

Název: Odběry vzorků pitné vody
Označení: PT#V/6/2018
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: 21. 3. 2018
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 8 % vztažné hodnoty (tzn. správné hodnoty leží v intervalu ± 16 % vtažné hodnoty).
Termín vydání zprávy: 14. 9. 2018

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 jakoukoli zpětnou vazbu například vyplněním krátkého hodnotícího dotazníku na <http://www.szu.cz/espt>. Vaše připomínky a náměty na zlepšení nám také můžete sdělit e-mailem nebo telefonicky (e-mail: petr.pumann@szu.cz; tel.: 267082220).

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 auditory (Mgr. Petr Pumann, Ing. Lenka Bendakovská, Ing. Filip Kotal, Ph.D., RNDr. Dana Baudišová, Ph.D.) techniku odběru pro stanovení mikrobiologických, biologických, fyzikálně-chemických a senzorických ukazatelů a stanovil na místě odběru ukazatel volný chlor. Auditři 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 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
	manipulace při odběru vedoucí ke kontaminaci vzorku (MB)
	neoznačené vzorkovnice
odběr pro chemický rozbor (základní chemický rozbor, kovy, TOL, PAU, pesticidy, sensorika)	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) bylo provedeno pomocí z-score podle vztahu:

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

kde X = výsledek uvedený laboratoří, x = vztažná hodnota (přijata referenční hodnota), σ = cílová hodnota směrodatné odchylky. Z-score 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), která prodělala v dubnu (vyšla pod číslem 70/2018 Sb. dne 20. 4. 2018, tedy až po konání odběrů v rámci tohoto kola programu), čili až pro proběhnutí odběrů v tomto kole, novelizaci, která se významnou měrou dotkne i odběrů pitné vody (upřesněno v dalších kapitolách). Program je však hodnocen podle situace platné ještě před novelizací.

V tomto programu se zaměřujeme především na správné technické provedení odběru, které vyhláška až výjimky nespecifikuje, 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

Všichni dokumentaci k odběru vzorků (SOP, případně další dokumenty jako je plán odběru) a vyplňovali odběrové protokoly. Účastník 1074 měl SOP zatím jen v pracovní verzi. Protokoly jsou z laboratoří obvykle 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. V jednom případě byl protokol přímo na místě vyplňován elektronicky.

Všichni účastníci měli vzorkovnice vhodně označené a z odběrových protokolů bylo patrné, kdo prováděl odběr / stanovení na místě odběru, byť v některých případech by zodpovědnost za provedení odběru a stanovení na místě mohla být vyznačena zřetelněji.

4.3 Čištění, dezinfekce a proplach

Ve vyhlášce (před novelizací) nebylo řešeno ani čištění a dezinfekci kohoutku, ani nebylo specifikováno, 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 spotřebitelům, 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 vod podle vyhlášky použít. Většina laboratoří (včetně všech účastníků v tomto kole) používá postup a) (tedy včetně proplachu). Proplach prováděli téměř všichni účastníci odtočením vody do ustáleného stavu, což kontrolovali měřením teploty (kap. 4.8). Pouze účastník 1183 proplach provádí po určitou dobu (3 – 5 minut).

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 se již promítlo do novela vyhlášky č. 252/2004 Sb. a vyžádá si změny v pořadí jednotlivých úkonů při odběru (posun odběru pro mikrobiologické ukazatele téměř na začátek). Novelizace legislativy se promítne i do dalších částí odběru (včetně rozsahu odebíraných ukazatelů). Každopádně to v některých případech, zvláště při úplném rozboru, může způsobit obtížně řešitelné situace. SZÚ chystá k této problematice metodický návod.

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 předvedli čtyři účastníci. Kohoutek byl však podle našeho názoru v dobrém stavu a čištění nutně nevyžadoval, takže ani účastníkům, kteří čištění neprovedli, to nelze vytýkat.

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
889	úplný	ano	ne	bez očištění	T	postřik	Incidur	> 1/2 min
992	úplný	ano	ne	mechanické	T	postřik	Desprej	> 1/2 min
1074	krácený	ano	ne - KR	mechanické	T	postřik	Desprej	pár sekund
1084	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřik	65% etanol	cca 1/2 min
1129	úplný	ano	ano	mechanické	T	postřik	Kodan	> 1/2 min
1155	krácený	ano	ne - KR	mechanické	T	postřik	Septonex	> 1/2 min
1180	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřik	Desident	cca 1/2 min
1183	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	3 - 5 min	otěr	technický líh	cca 1/2 min
1227	úplný	ano	ano	bez očištění	T	postřik	2% Persteril	< 1/2 min
1245	krácený	ano	ne - KR	bez očištění	T	postřik	70% etanol	cca 1/2 min

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

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 postřik a 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 kratší dobu, což sice nepovažujeme za zásadní nedostatek, ale doporučujeme účastníkům čas prodloužit.

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]. Do pořadí v jakém mají být jednotlivé vzorkovnice plněny významně zasáhla novelizace vyhlášky (viz kap 4.3). 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 čtyř účastníků provádějících úplný rozbor, předvedli dva z nich, jeden však až po očištění. Situace nebyla lepší ani v předchozích kolech programu. 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	Rozbor	Pořadí				
889	úplný	čištění dezinfekce	senzorika + chemie	MB/B	chlór	
992	úplný	čištění dezinfekce	chlór	senzorika + chemie	desinfekce	MB/B
1074	krácený	čištění	chemie	senzorika chlór	chemie	desinfekce MB/B
1084	krácený	čištění	senzorika + chemie	desinfekce	MB/B	
1129	úplný	kovy	čištění	senzorika chemie	chlór	desinfekce MB/B
1155	krácený	čištění	chlór	senzorika + chemie	desinfekce	MB/B
1180	krácený	čištění	senzorika + chemie	chlór	desinfekce	MB/B
1183	krácený	čištění	chlór	chemie	senzorika	desinfekce MB/B
1227	úplný	čištění kovy	chemie	chlór	desinfekce	MB/B senzorika
1245	krácený	čištění	senzorika	chlór	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
889	plast	2000	ne	ano	ne	ne	ano
992	sklo	1000+500	ne	ano	ne	ne	ano
1074	sklo	500	ne	ne	ne	ne	ano
1084	sklo	2000	ne	ano	ano	ne	ano
1129	plast	2000	ne	ne	ano	ne	ano
1155	plast	1000	ne	ano	ne	ne	ano
1180	plast	1000	ne	ne	ne	ne	ano
1183	plast	1000	ne	ano	ne	ne	ano
1227	plast	2000	ne	ne	ne	ne	ano
1245	sklo	1000	ne	ne	ano	ne	ano

ZCHR. Vzorky byly odebírány do plastových i skleněných vzorkovnic, účastníci volili vyplachování vzorkovnic před naplněním dle svých zavedených postupů. Pět 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 tři účastníci.

Kovy. Účastníci odebírali vzorky pro stanovení kovů do samostatných vzorkovnic (v rámci úplného rozboru do několika vzorkovnic) s přidávkem 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. V případech, kdy vzorek je konzervován až v laboratoři, by bylo vhodné mít ověřeno, že nedochází ke ztrátám nebo jsou zanedbatelné. Materiál vzorkovnic byl v souladu s ČSN EN ISO 5667-3 vždy plast. Vzorky pro stanovení rtuti byly ve všech případech odebírány do skleněné vzorkovnice.

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

kód	analyt	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
889	kovy	plast	100	ano	ne	ne	ano
	Fe	plast	100	ano	ne	ne	ano
	Hg	sklo	100	ano	ne	ne	ano
992	kovy	plast	100	laboratoř	ano	ne	ano
	Hg	sklo	100	laboratoř	ano	ne	ano
	Fe	plast	100	laboratoř	ano	ne	ano
1074	kovy	plast	100	ano	ne	ano	ano
1084	kovy	plast	100	ano	ne	ano	ano
1129	Pb + Ni	plast	1000	ano	ne	ano	ano
	Fe	plast	500	ano	ne	ano	ano
	Hg	sklo	500	ano	ne	ne	ano
1155	kovy	plast	500	ano	ne	ano	ano
1180	kovy	plast	250	ano	ne	ano	ano
1183	kovy	plast	250	ano	ne	ano	ano
1227	kovy	plast	250	ano	ne	ano	ano
	kovy	plast	2x250	ano	ne	ano	ano
	Hg	sklo	250	ano	ne	ano	ano
1245	Fe	plast	2x100	ano	ne	ano	ano

ChSK_{Mn} a TOC. Sedm účastníků odebíralo vzorky pro stanovení ChSK_{Mn} (TOC) do samostatné vzorkovnice, přičemž čtyři z nich měli ve vzorkovnici předem nadávkované konzervační činidlo (tab. 6).

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

kód	analyt	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
992	CHSK/TOC	sklo	100	ne	ano	ne	ano
1074	CHSK/TOC*	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1129	CHSK/TOC	sklo	100	ano	ne	ne	ano
1155	CHSK/TOC	sklo	250	ano	ne	ano	ano
1180	CHSK/TOC	sklo	100	ano	ne	ano	ano
1183	CHSK/TOC	plast	100	ne	ano	ne	ano
1227	CHSK	sklo	200	ano	ne	ne	ano
	TOC	sklo	100	ne	ne	ne	ano

* vzorkovnice navíc slouží ke stanovení senzorky

Senzorika. Pouze čtyři účastníci prováděli senzorké zkoušení na místě (tab. 7). Ve dvou případech použili pro stanovení nevhodnou nádobu (kelímek, kádinka), kterou není možné uzavřít a protřepat, případně chyběla bezpachová voda na porovnání. Sedm účastníků odebíralo vzorky do samostatných vzorkovnic pro stanovení v laboratoři (účastník 1074 předvedl stanovení na místě i odebral vzorek do laboratoře), vždy správně bez ponechání bubliny (tab. 8).

Tabulka 7. Odběr vzorků a provedení senzorkého zkoušení na místě

kód	vzorkovnice pro pach	vypláchnutí	naplnění	porovnávací voda	zkoušení chuti na místě	pach (výsledek)	chuť (výsledek)
1074	kelímek, cca 250 ml	ne	cca 1/3	ne	ano	přijatelný	přijatelná
1129	250 ml široké hrdlo	ne	cca 1/3	ano	ano	přijatelný	přijatelná
1227	1000 ml kádinka		cca 1/2	až na výzvu	ano	přijatelný	přijatelná
1245	250 ml široké hrdlo	ano	cca 1/3	ano	ne	přijatelný	

Tabulka 8. Odběr vzorků pro sensorické zkoušení v laboratoři

Kód	vzorkovnice	objem (ml)	konzervace	vypláchnutí	bublina	označení
889	sklo	500	ne	ne	ne	ano
992	sklo	1000	ne	ano	ne	ano
1074	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1084	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1155	sklo	1000	ne	ano	ne	ano
1180	sklo	500	ne	ne	ne	ano
1183	sklo	1000	ne	ano	ne	ano

PAU a pesticidní látky. Vzorky pro tato stanovení odebírali účastníci do samostatných skleněných vzorkovnic. Norma ČSN 75 7554 [10] vyplachování nedoporučuje, což všichni účastníci dodrželi. Vzorkovnice byly plněny bez ponechání vzduchové bubliny. Podle ČSN EN ISO 5667-3 [3] by v případě, že je voda chlorována, měl být do vzorkovnice přidáván thiosíran sodný.

TOL. Obě laboratoře odebírající vzorky v rámci úplného rozboru plnily vzorkovnice bez ponechání vzduchové bubliny. Jeden s vyplachováním vzorkovnice, zbývající tři bez něj. Podle ČSN EN ISO 5667-3 [3] by v případě, že je voda chlorována, měl být do vzorkovnice přidáván thiosíran sodný. Tři účastníci použili thiosíran sodný k dechloraci, jeden ne.

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
889	PAU		sklo	2000	ne	ne	ne	ano
889	TOL	ano	sklo	2x20	ne	ne	ne	ano
889	pesticidy		sklo	500	ne	ne	ne	ano
889	bor		sklo	100	ne	ne	ne	ano
889	kyanidy		plast	500	ne	ne	ne	ano
992	PAU	ano	sklo	2000	ne	ne	ne	ano
992	TOL	ano	sklo	100+30	ne	ano	ne	ano
992	pesticidy (triaziny)	ano	sklo	1000	ne	ne	ne	ano
992	kyanidy	ano	plast	500	ano	ne	ne	ano
992	glyfosát + AMPA		plast	500	ne	ne	ano	ano
992	bromičnany + IC		sklo	100	laboratoř	ano	ne	ano
992	vinylchlorid	ano	sklo	30	ne	ano	ne	ano
992	pesticidy (metabolity)		sklo	60	ne	ano	ano	ano
1129	PAU		sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1129	TOL	ano	sklo	2x20	ne	ne	ne	ano
1129	pesticidy + PCB		sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1129	kyanidy		plast	500	ano	ne	ano	ano
1227	PAU		sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1227	TOL		sklo	100	ne	ne	ne	ano
1227	pesticidy		sklo	1000	ne	ne	ne	ano
1227	bromičnany		sklo	300	ne	ne	ne	ano
1227	kyanidy		sklo	500	ano	ne	ne	ano
1227	vinylchlorid		sklo	100	ne	ne	ne	ano

4.6 Odběr pro mikrobiologický rozbor

Desinfekci kohoutku před odběrem pro mikrobiologický rozbor provedli všichni účastníci, většinou až po odebrání vzorků pro chemické rozborů a senzorku, tedy bezprostředně před odběrem pro mikrobiologický rozbor (kap. 4.3). Odběr se provádí do sterilní vzorkovnice (skleněné nebo plastové), obvykle se dává přednost sklu pro možnost jeho opětovného použití. V tomto kole měli skleněné vzorkovnice všichni účastníci. 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 závitěm [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. Účastník 1074 neměl ve vzorkovnici neutralizační činidlo (ani ho na místě do vzorkovnice nepřidal), což je nutno považovat za zásadní nedostatek.

Během plnění vzorkovnice nesmí přijít část zátky, která je uvnitř vzorkovnice, s ničím do kontaktu. Při odběru vzorku je nutné ponechat ve vzorkovnici malý nezaplňovaný 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.

Účastníci použili sterilní vzorkovnice s předem přidaným dechloračním činidlem (s výjimkou 1074), 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
889	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
992	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1074	skleněná	ano	ne	ne	ano	ano	ano
1084	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1129	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1155	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1180	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1183	skleněná	ano	ano	ne	ano	ano	ano
1227	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 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
889	úplný rozbor	ne	plast	ne	ano	ano	ano
992	úplný rozbor	ano	sklo	ne	ano	ano	ano
1084	krácený - povrchová	ne	plast	ne	ano	ano	ano
1129	úplný rozbor	ne	plast	ne	ano	ano	ano
1180	krácený - povrchová	ano	sklo	ne	ano	ano	ano
1183	krácený - povrchová	ano	sklo	ne	ano	ano	ano
1227	úplný rozbor	ano	sklo	ne	ano	ano	ano
1245	krácený - povrchová	ne	plast	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 měřením teploty. Všichni použili digitální teploměry s přesností na 0,1 °C. Většina účastníků měřila teplotu v proudu vody, tři účastníci v nádobě s protékající vodou (tab. 12).

Tabulka 12. Měření teploty účastníky

kód	teploměr	dělení (°C)	způsob měření	naměřená teplota (°C)
889	digitální	0,1	12,7	nádoba v proudu
992	digitální	0,1	12,1	do proudu
1074	digitální	0,1	11,1	do proudu
1084	digitální	0,1	12,3	do proudu
1129	digitální	0,1	10,8	nádoba v proudu
1155	digitální	0,1	13,8	do proudu
1180	digitální	0,1	14,8	do proudu
1183	digitální	0,1	13,3	do proudu
1227	digitální	0,1	11,7	do proudu
1245	digitální	0,1	13,2	nádoba v proudu

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). Ve výsledcích sice nebyla jako v některých předchozích kolech patrná závislost na době odběru, výsledky však kolísaly natolik, že je nebylo možné smysluplně vyhodnotit pomocí z-score. Koncentrace volného chloru měřené laboratoří SZÚ kolísaly mezi 0,04 a 0,11 mg/l, u účastníků mezi 0,07 a 0,15 mg/l, s extrémní hodnotou 0,22 mg/l (1129).

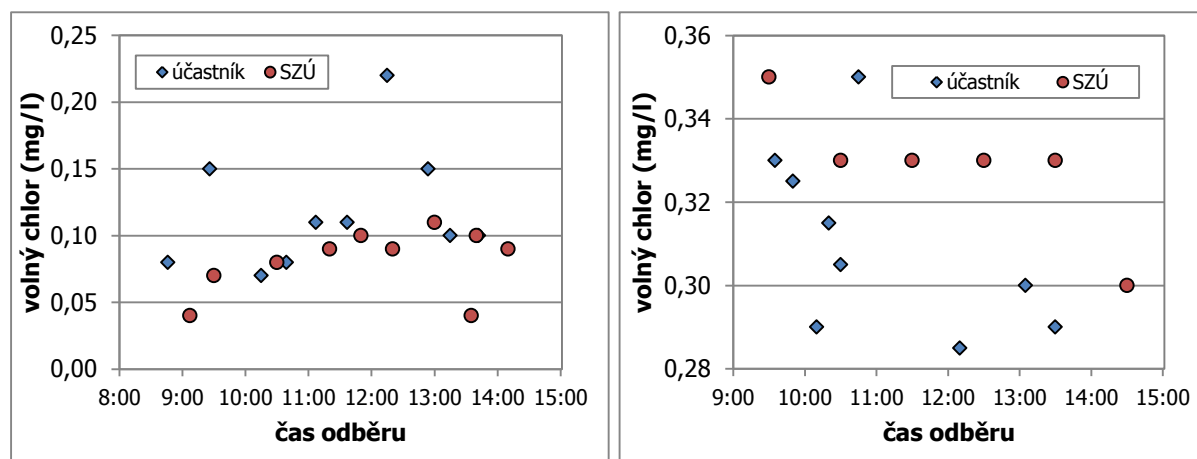
Umělý vzorek byl připraven ze 7 litrů pražské vodovodní vody, cca 3 litrů vzorku z PT/V/7/2018 a 15 ml zásobního roztoku isochlorokyanurátu sodného (z PT/V/7/2018). Rozplněno peristaltickým čerpadlem odpoledne 20. 3. 2018 do 30 vzorkovnic. Pro kontrolu stability a homogenity uměle připravených vzorků bylo provedeno pracovníkem laboratoře SZÚ (pí. Dvořáková) z předem vytipovaných vzorkovnic.

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). Vztažná odchylka byla následně rozšířena na 8 % vztažné hodnoty (tzn. že interval pro vyhovující výsledky byl ± 16 % vztažné hodnoty).

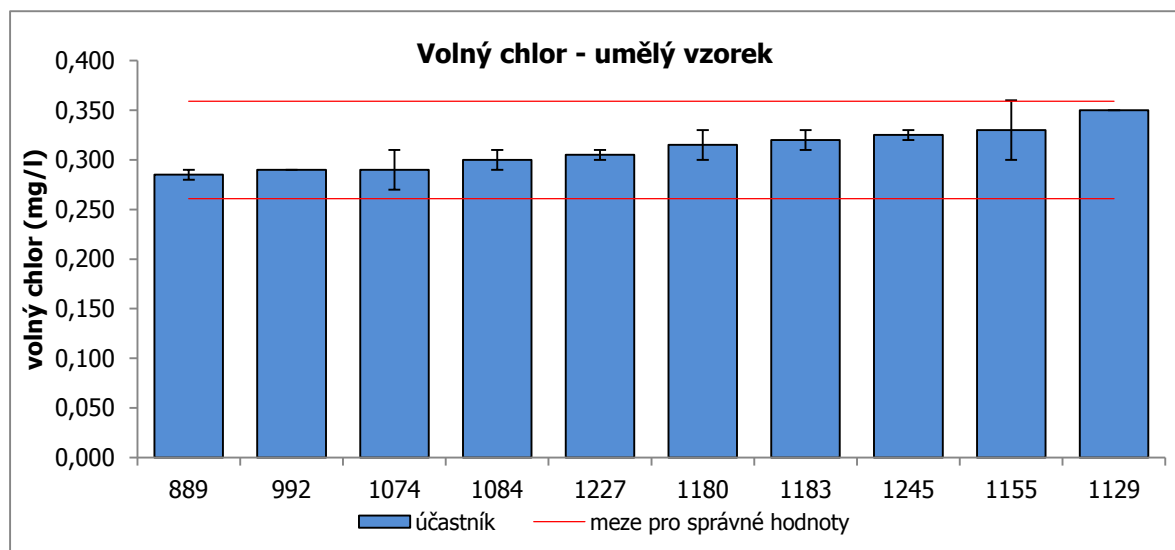
Tabulka 13. Stanovení volného chloru

kód	přístroj	odpovědnost za měření	změřeno do 1 minuty	vodovod		Umělý vzorek*	
				čas	mg/l	čas	mg/l
889	Hach	ano	ano	12:54	0,15	12:10	0,285
992	Hach	ano	ano	13:42	0,1	13:30	0,29
1074	Hach	ano	ano	9:26	0,15	10:10	0,29
1084	Hach	ano	ano	13:15	0,1	13:05	0,3
1129	Hanna	ano	ano	12:15	0,22	10:45	0,35
1155	Hach	ne	ano	10:39	0,08*	9:35	0,33
1180	Hach	ano	ano	11:07	0,11	10:20	0,315
1183	Hach	ano	ano	8:46	0,08	8:40	0,32
1227	Hach	ano (až na výzvu)	ano	11:37	0,11	10:30	0,305
1245	Hach	ano	ano	10:15	0,07	9:50	0,325

* průměr ze dvou měření



Obř. 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 meze pro správné hodnoty

V	lab	výsledek (mg/l)	z-score	-4	-3	-2	-1	0	1	2	3	4
X	889	0,29	-1,01									
X	992	0,29	-0,81									
X	1074	0,29	-0,81									
X	1084	0,30	-0,40									
X	1227	0,31	-0,20									
X	1180	0,32	0,20									
X	1183	0,32	0,40									
X	1245	0,33	0,60									
X	1155	0,33	0,81									
X	1129	0,35	1,61									

počet laboratoří: 10

z toho vyhovuje: 10

z toho nevyhovuje: 0

vztažná hodnota: 0,31 mg/l

vztažná odchylka: ±16%

interval správných hodnot: 0,261 - 0,359 mg/l

X-vyhovuje, ? - sporné, ! - nevyhovuje

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

4.10 Přeprava vzorků do laboratoře

Všichni účastníci ukládali vzorky do termoboxů či termotašek s účinným chlazením. Data logger pro záznam teploty během transportu měli k dispozici všichni účastníci. Uložení teploměru v boxu bylo ve většině případů v nádobě (případně přímo v chladícím voze), což považujeme za vhodnější ve srovnání s volným uložením, kdy může docházet k ovlivnění záznamu přímým kontaktem s namraženou vložkou.

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 1074, který neměl ve vzorkovnici pro mikrobiologický rozbor neutralizační činidlo.

Tabulka 14. Souhrnné hodnocení účasti v tomto kole programu

kód	odběr vzorku (úplný rozbor)	odběr vzorku (krácený rozbor)	chlór volný umělý vzorek
889	+	X	
992	+	X	
1074	X	-	
1084	X	+	
1129	+	X	
1155	X	+	
1180	X	+	
1183	X	+	
1227	+	X	
1245	X	+	
Počet	4	6	10
Vyhověl (%)	100	83	100
Nevyhověl (%)	0	17	0

Legenda	
	vyhovuje (z-score $ z \leq 2$)
	nevyhovuje (z-score $2 < z \leq 3$)
	nevyhovuje (z-score $ z > 3$)
+	vyhovuje
-	nevyhovuje
X	neúčast / výsledek nedodán

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).