

PROTOKOL O UCHOVÁNÍ VZORKŮ pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019

Pro přípravu vzorků použity 30 ml PE ampule, 20 ml skleněné zatavovací ampule a 2 l PE vzorkovnice. Ampule byly uchovávány před plněním v suchu a temnu v obalech zabraňujících možné kontaminace z okolí.

Připravené roztoky (odměrné baňky, vzorkovnice) byly uchovávány v lednicích při teplotě $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$, roztok na stanovení zákalu byl uchováván v temnu při laboratorní teplotě, po rozplnění do skleněných ampulí byl uchováván v lednici při teplotě $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Jakákoliv možnost nežádoucí manipulace se vzorky byla vyloučena.

Skleněné ampule byly ihned po naplnění zataveny pomocí sklářského kahanu.

Po naplnění byly ampule opatřeny štítky s jednoznačnou identifikací modelového roztoku a označením PT.

V Praze:

Vypracoval (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV.....*

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 1 – pH

Modelový roztok byl připraven dne 14. 6. 2019.

Na vahách bylo odváženo 32,96 g hydroxidu sodného (výrobce Lach-Ner, šarže č.: PP/2018/03519) a 136,09012 g dihydrogenfosforečnanu draselného (výrobce Lach-Ner, šarže č.: PP/2017/02318).

Rozpuštěno v 2 l odměrné baňce v demineralizované vodě.

Převedeno do plastové homogenizační nádoby (kanystru o objemu 25 litrů) a pomocí 2 l odměrné baňky přidáno 18 l demineralizované vody (vypláchnutí zbytků z odměrné baňky). Promícháno.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 14. 6. 2019 dle SOP č. DV-1.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena hodnota pH 7,54.

Připravený roztok byl rozplněn dne 14. 6. 2019 do deseti plastových vzorkovnic o objemu 2 litry. Vzorkovnice byly naplněny s malou vzduchovou bublinou pro homogenizaci zkušebních vzorků v místě konání MPO.

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV.....*

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 2 – Konduktivita

Ve 2 l odměrné baňce rozpuštěno 3,60716 g chloridu draselného (výrobce Lach-Ner, šarže č.: PP/2015/12781, přesušeno 2 h při 105 °C) v demineralizované vodě. Doplněno po rysku.

Převedeno do plastové homogenizační nádoby (kanystru o objemu 25 litrů) a pomocí 2 l odměrné baňky přidáno 18 l demineralizované vody (vypláchnutí zbytků z odměrné baňky). Promícháno.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 14. 6. 2019 dle SOP č. DV-9.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena hodnota el. konduktivity 35,4 mS/m.

Připravený roztok byl rozplněn dne 14. 6. 2019 do deseti plastových vzorkovnic o objemu 2 litry. Vzorkovnice byly naplněny s malou vzduchovou bublinou pro homogenizaci zkušebních vzorků v místě konání MPO.

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV*.....

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 3 – BSK₅

Modelový roztok byl připraven dne 4. 6. 2019.

Na vahách bylo odváženo 1,11438 g glukosy (výrobce Aldrich, šarže č.: CR05428BR, přesušeno 1 h při 105 °C) a 1,11431 g kyseliny glutamové (výrobce Aldrich, šarže č.: 17873028, přesušeno 1 h při 105 °C). Rozpuštěno v odměrné baňce 2 l v demineralizované vodě.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 6. 6. 2019 – 11. 6. 2019 dle SOP č. SAK–79.

5 ml modelového roztoku bylo odměřeno do 1000 ml odměrné baňky a doplněno naočkovanou zřed'ovací vodou po rysku.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena hodnota BSK₅ 3,8 mg/l.

Připravený roztok byl rozpipetován dne 5. 6. 2019 do skleněných ampulí o objemu 20 ml (pipetováno 21 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV.....*

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 4 – CHSK_{Cr}

Modelový roztok byl připraven dne 3. 6. 2019.

Na vahách bylo odváženo 0,47660 g hydrogenftalátu draselného (výrobce Lach-Ner, šarže č.: 308390605, přesušeno 2 h při 105 °C) a rozpuštěno ve 2 l odměrné baňce v demineralizované vodě.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 6. 6. 2019 podle SOP č. SAK-1.

10 ml modelového roztoku bylo odměřeno do 100 ml odměrné baňky a doplněno demineralizovanou vodou po rysku.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena hodnota CHSK_{Cr} 28,4 mg/l.

Připravený roztok byl rozpipetován dne 7. 6. 2019 do plastových ampulí o objemu 30 ml (pipetováno 25 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV*.....

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 5 – CHSK_{Mn}

Modelový roztok byl připraven dne 3. 6. 2019.

Na vahách bylo odváženo 9,76383 g kyseliny šťavelové (výrobce Lachema, šarže č.: 300280199) a rozpuštěno ve 2 l odměrné baňce v demineralizované vodě.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 4. 6. 2019 podle SOP č. DV–3.

10 ml modelového roztoku bylo odměřeno do 1000 ml odměrné baňky a doplněno demineralizovanou vodou po rysku.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena hodnota CHSK_{Mn} 6,31 mg/l.

Připravený roztok byl rozpipetován dne 5. 6. 2019 do plastových ampulí o objemu 30 ml (pipetováno 25 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV*.....

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 6 – Celkový fosfor

Modelový roztok byl připraven dne 3. 6. 2019.

Na vahách bylo odváženo 0,53385 g β -glycerolfosfátu (výrobce Fluka, šarže č.: 441789/1) a rozpuštěno ve 2 l odměrné baňce v demineralizované vodě.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 4. 6. 2019 podle SOP č. DV–17.

10 ml modelového roztoku bylo odměřeno do 1000 ml odměrné baňky a doplněno demineralizovanou vodou po rysku.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena koncentrace P_{celk} 0,266 mg/l.

Připravený roztok byl rozpipetován dne 5. 6. 2019 do plastových ampulí o objemu 30 ml (pipetováno 25 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková., technik laboratoře LKDV.....*

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 7 – Celkový dusík

Modelový roztok byl připraven dne 31. 5. 2019.

Na vahách bylo odváženo 5,33860 g dusičnanu sodného (výrobce Lach-Ner, šarže PP/2017/07609, přesušen 2 hodiny při 105 °C). Navážka byla rozpuštěna ve 2 l odměrné baňce v demineralizované vodě, objem doplněn po rysku.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 7. 6. 2019 podle SOP A.31.

5 ml modelového roztoku bylo odměřeno do 500 ml odměrné baňky a doplněno demineralizovanou vodou po rysku.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena průměrná hodnota N_{celk} 4,52 mg/l.

Připravený roztok byl rozpipetován dne 7. 6. 2019 do plastových ampulí o objemu 30 ml (pipetováno 25 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková, technik laboratoře LKDV*

PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019

Vzorek č. 8 – Železo, mangan

Modelový vzorek byl připraven dne 3. 6. 2019.

K přípravě modelového vzorku byly použity jednosložkové CRM od firmy Merck o koncentraci 1 g/l (CertiPUR):

- Železo, dusičnan železitý v 0,5 mol/l HNO₃, šarže HC98242681
- Mangan, dusičnan manganatý v 0,5 mol/l HNO₃, šarže HC98169989

Používané odměrné sklo bylo předem vymyté kyselinou dusičnou zředěnou v poměru 1:3 demineralizovanou vodou. Doba působení kyseliny byla cca 24 hodin. Před použitím bylo odměrné sklo dobře vypláchnuto demineralizovanou vodou.

Roztok byl připraven do odměrné baňky o objemu 2000 ml. Do baňky bylo předem připraveno cca 500 ml demineralizované vody a následně napipetováno 98 ml standardního roztoku železa a 30 ml standardního roztoku manganu.

Do odměrné baňky bylo přidáno 10 ml ultračisté kyseliny dusičné 67% (Analytika, šarže: 3048), odměrná baňka byla poté doplněna demineralizovanou vodou po rysku a promíchána.

Po přípravě byl roztok uložen v lednici.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 4. 6. 2019 podle SOP č. SAK-95.

Připravený modelový roztok byl před analýzou ředěn 100× (1 ml → 100 ml) demineralizovanou vodou.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena průměrná hodnota:

0,51 mg/l Fe

0,150 mg/l Mn

Připravený a zkontrolovaný roztok byl rozpipetován dne 5. 6. 2019 do PE ampulí o objemu 30 ml (pipetováno 25 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková, technik laboratoře LKDV*.....

**PROTOKOL O PŘÍPRAVĚ VZORKU
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019**

Vzorek č. 9 – Zákal

Modelový roztok byl připraven od 30. 5. do 31. 5. 2019.

Chemikálie	Výrobce	Šarže	Navážka	Pipetováno pro objem 2000 ml
$(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$	Merck	K44802643 403	10,00036 g	70 ml
$(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$	Merck	K43097003 230	1,00011 g	70 ml

Na analytických vahách byl postupně navážen do malé kádinky hexamethylentetramin a hydrazinsulfát. K navážce se přidalo cca 50 ml demineralizované vody. K dokonalému rozpuštění chemikálií byla použita magnetická míchačka. Jednotlivé roztoky byly kvantitativně převedeny po do odměrných baněk o objemu 100 ml, objem baněk byl doplněn demineralizovanou vodou po rysku.

Do odměrné baňky o objemu 200 ml bylo odpipetováno 70 ml každého připraveného roztoku (viz tabulka). Odměrná baňka s promíchaným roztokem byla ponechána v klidu po dobu 24 hodin při laboratorní teplotě, na světle.

Vzniklý formazinový roztok byl následující den kvantitativně převeden do odměrné baňky o objemu 2000 ml, odměrná baňka byla doplněna po rysku demineralizovanou vodou a náležitě promíchána. Připravený roztok byl uložen ve tmě při laboratorní teplotě.

Kontrolní stanovení:

Kontrolní analýzy byly provedeny dne 4. 6. 2019 podle SOP č. DV–10/ Stanovení zákalu.

Připravený promíchaný modelový roztok byl před analýzami ředěn 20× (5 ml → 100 ml) demineralizovanou vodou.

V připraveném modelovém roztoku byla stanovena průměrná hodnota zákalu 14,1 ZF_n.

Připravený roztok byl za stálého míchání na magnetické míchačce rozpipetován dne 5. 6. 2019 do skleněných zatahovacích ampulí (pipetováno 21 ml roztoku).

V Praze:

Připravil (jméno, funkce a podpis): *Petra Kropáčková, technik laboratoře LKDV*.....