

ZPRÁVA O PŘÍPRAVĚ VZORKŮ
pro zkoušení způsobilosti PT/S/SP/1/2019
MPO Vzorkování surové a povrchové vody
pořádaným firmou CSlab spol. s r.o.

ZKUŠEBNÍ VZORKY PŘIPRAVILA LABORATOŘ:

Pražské vodovody a kanalizace, a.s. – útvar kontroly kvality vody
Oddělení laboratorní kontroly Praha (OLK Praha) – Laboratoř kontroly distribuce vody (LKDV)
Dykova 3, 101 00 Praha 10

Zkušební laboratoř č. 1247 akreditovaná ČIA podle ČSN EN ISO/IEC 17025:2005.

POSTUP PŘÍPRAVY ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ:

Vzorky pro PT S/SP/1/2019 byly připraveny podle SOP č. MK–8/ Příprava vzorků pro zkoušení způsobilosti (PT) a mezilaboratorní porovnání zkoušek (MPZ) Pražských vodovodů a kanalizací, a.s. – útvar kontroly kvality vody.

Detailní postup přípravy, který je ve shodě se SOP č. MK–8 je uveden v této Zprávě o přípravě vzorků pro zkoušení způsobilosti PT S/SP/1/2019.

ZA PŘÍPRAVU VZORKŮ ODPOVÍDAJÍ:

Petra Kropáčková, technik Laboratoře kontroly distribuce vody OLK Praha
(*vzorek č. 1 – 9*)

ZKUŠEBNÍ VZORKY (kontrolní analýzy, analýzy pro test homogenity a stability)
ANALYZOVALA LABORATOŘ:

Vzorek č. 1 – 6, 9:

Pražské vodovody a kanalizace, a.s. – útvar kontroly kvality vody
Oddělení laboratorní kontroly Praha (OLK Praha) – Laboratoř kontroly distribuce vody (LKDV)
Dykova 3, 101 00 Praha 10

Vzorek č. 8 (Fe, Mn):

Pražské vodovody a kanalizace, a.s. – útvar kontroly kvality vody
Oddělení laboratorní kontroly Praha (OLK Praha) – Laboratoř speciálních analýz a kontroly (LSAK)
Dykova 3, 101 00 Praha 10

Vzorek č. 7 (Ncelk):

Pražské vodovody a kanalizace, a.s. – útvar kontroly kvality vody
Oddělení laboratorní kontroly odpadních vod (OLK OV)
Papírenská 6, 160 00 Praha 6

SEZNAM PŘIPRAVENÝCH ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ:

- 1. pH**
- 2. Konduktivita**
- 3. BSK₅**
- 4. CHSK_{Cr}**
- 5. CHSK_{Mn}**
- 6. Celkový fosfor**
- 7. Celkový dusík**
- 8. Železo, mangan**
- 9. Zákal**

CHEMIKÁLIE:

- Pevné standardy s čistotou minimálně p.a. viz Protokoly o přípravě vzorků.
- Komerční roztoky standardů s definovanou koncentrací viz Protokoly o přípravě vzorků.
- Ultračistá kyselina dusičná 67% pro konzervaci vzorků.
- Demineralizovaná ultra čistá voda připravená zařízením Millipore.

VÁHY:

- Metrologicky ověřené analytické váhy Sartorius CPA 225D-OCE (citlivost 0,1 mg, stanovené měřidlo, identifikační číslo L1-200 a L1-230).
- Kalibrované předvážky AND (pracovní měřidlo, identifikační číslo L1-229).

VZORKOVNICE:

- Plastová vzorkovnice se šroubovacím uzávěrem o objemu 2 l – vzorek č. 1, 2.
- Plastová ampule se šroubovacím uzávěrem o objemu 30 ml – vzorek č. 4, 5, 6, 7, 8.
- Skleněná zatavovací ampule o objemu 20 ml – vzorek č. 3, 9.

LABORATORNÍ SKLO A POMŮCKY:

- Odměrné sklo třídy K a A.
- Automatické pipety.
- Plastové kanystry o objemu 25 l.

Veškeré laboratorní sklo bylo před použitím umyto v laboratorní myčce Miele, finální oplach skla byl proveden demineralizovanou vodou ze zařízení Millipore.

Odměrné sklo použité k přípravě roztoků železa a manganu byly před použitím vyčištěny roztokem kyseliny dusičné (1:3) a následně důkladně propláchnuty demineralizovanou vodou ze zařízení Millipore.

POSTUP PŘÍPRAVY ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ, KONTROLNÍ ANALÝZY:

Modelové vzorky:

Roztoky vzorků byly připravovány navážením chemikálií přijatelné čistoty a/nebo odměřením přesného objemu standardu a rozpuštěním v demineralizované vodě / doplněním objemu v odměrné baňce.

Vlastní příprava roztoků proběhla 31.5. – 14. 6.2019.

K vážení byly použity výše uvedené váhy ověřené ČMI-OI Praha jako stanovené měřidlo resp. pracovní měřidlo kalibrované ČMI-OI Praha.

Pro přípravu i ředění roztoků bylo použito odměrné sklo třídy přesnosti A a K.

Vybrané modelové vzorky byly při přípravě konzervovány:

- železo a mangan – 5 ml koncentrované kyseliny dusičné na 1000 ml vzorku,

Připravené roztoky vzorků byly bezprostředně po přípravě jednoznačně označeny popisem, kde byl uveden účel užití roztoku, datum přípravy, koncentrace (navážka) a jméno pracovníka, který roztok připravoval. Následně byl příslušným pracovníkem vyplněn Protokol o přípravě vzorků.

Záznamy týkající se přípravy vzorků jsou součástí řízených záznamů laboratoře – ŘZ.0.7.7.

Ve dnech 4. – 14. 6. 2019 byla provedena kontrolní analýza připravených vzorků včetně slepých stanovení (podle SOP zkoušek).

Připravené zkontrolované roztoky byly podle typu analytu rozpipetovány skleněnou nebo automatickou pipetou s plastovými špičkami do příslušných vzorkovnic (podle typu analytu 30 ml PE ampule, 20 ml skleněná zatahovací ampule), resp. rozlity do 2 l PE vzorkovnic, viz výše. Naplněné skleněné zatahovací ampule byly ihned po naplnění zataveny pomocí sklářského kahanu.

Detailní postup přípravy jednotlivých vzorků je uveden v příslušném Protokolu o přípravě vzorku.

Připravené modelové vzorky č. 3 – 9 byly 13. 6. 2019 rozděleny pro laboratoře do papírových krabiček.

ZABEZPEČENÍ PŘIPRAVENÝCH VZORKŮ:

Do doby distribuce byly připravené vzorky uloženy za nepřístupu světla v chladničce při teplotě (5 ± 3) °C. Jakákoliv možnost nežádoucí manipulace se vzorky byla vyloučena.

V průběhu dopravy a uchování vzorků při přepravě do Plzně byla monitorována teplota pomocí záznamníku Testostor, který byl společně se vzorky umístěn v bedně.

Podmínky uchování jsou přijatelné (jedná se o krátkodobé uchování).

TEPLOTNÍ ZÁVISLOST KONTROLNÍHO VZORKU pH a KONDUKTIVITA:

U vzorků pro přímé stanovení pH a el. konduktivity na místě konání MPO byla proměřena závislost vztažné hodnoty na teplotě vzorku. Byly naměřeny hodnoty pH a konduktivity v rozsahu teploty cca 8 až 30 °C. Výsledky pH i konduktivity byly v proměřeném teplotním intervalu v mezích nejistoty měření (pH: 7,50 – 7,56 a konduktivita: 35,1 – 35,8 mS/m), viz příloha Zprávy.

TEST HOMOGENITY VZORKŮ:

V průběhu celého rozplňování byly náhodně vybrány 3 vzorky (vzorek č. 1 a 2) resp. 4 vzorky (vzorek č. 3 – 9) pro testování homogenity připravených vzorků.

Homogenita vzorků byla analýzami provedenými 6. – 19. 6. 2019 (každý ze 3 resp. 4 vzorků měřen 2×) jednoznačně potvrzena.

Test homogenity byl proveden podle normy ČSN ISO 13528:2017 (viz SOP č. MK–8).

TEST STABILITY VZORKŮ:

Stabilita připravených vzorků byla testována porovnáním výsledků kontrolních analýz (měřených před rozplňováním vzorků 4. – 14. 6. 2019), resp. porovnáním výsledků z testů homogenity (6. – 19. 6. 2019) a výsledků analýz provedených v termínu zpracování vzorků účastníky PT tj. po 18. 6. 2019, konkrétně 19. – 27. 6. 2019 (1 vzorek, každý analyt 2 měření).

Stabilita vzorků byla vyhodnocením podle normy ČSN ISO 13528:2017 (viz SOP č. MK–8) jednoznačně potvrzena.

Přílohy zprávy:

PROTOKOL O UCHOVÁNÍ VZORKŮ

PROTOKOLY O PŘÍPRAVĚ VZORKŮ

VÝSLEDKY KONTROLNÍCH ANALÝZ VZORKŮ

VÝSLEDKY TESTU HOMOGENITY VZORKŮ

VÝSLEDKY TESTU STABILITY VZORKŮ

Vypracoval (jméno a funkce): Jana Kabátová, manažer kvality ÚKKV

Datum, podpis: 27. 6. 2019