

Informácie o Programe skúšok spôsobilosti organizovaných Národným referenčným laboratóriom pre oblasť vôd na Slovensku

Úvod

Národné referenčné laboratórium pre oblasť vôd na Slovensku (NRL) je súčasťou Výskumného ústavu vodného hospodárstva (VÚVH). V súčasnej dobe vykonáva akreditovanú aj neakreditovanú činnosť. Neakreditovaná činnosť nie je v konflikte záujmov s oblasťou organizácie programu skúšok spôsobilosti (PSS). Hlavným cieľom programu skúšok spôsobilosti je zabezpečiť pravidelnú externú kontrolu a dosiahnuť porovnateľnosť výsledkov medzi jednotlivými laboratóriami.

Účasť v PSS umožňuje laboratóriám preukázať kvalitu svojej práce. Súčasne slúži k odhaleniu možného zdroja chýb v používaných analytických laboratórnych postupoch. Pri správne fungujúcej spätnej väzbe v systéme kvality následne umožňuje laboratóriám zlepšenie kvality ich práce a produkovaných výsledkov analýz a zvyšuje dôveryhodnosť výkonnosti laboratória.

Definície/pojmy [1]

- Skúšky spôsobilosti – vyhodnotenie výkonosti účastníka voči vopred stanoveným kritériam pomocou medzilaboratórnych porovnaní.
- Program skúšok spôsobilosti (PSS) – skúšky spôsobilosti navrhnuté a vykonané pre špecifickú oblasť skúšania, merania, kalibrácie alebo inšpekcie v jednom či viacerých cykloch.
- Medzilaboratórne porovnávacie skúšky (MPS) - organizovanie, vykonanie a vyhodnotenie skúšok rovnakých alebo podobných jednotiek alebo materiálov dvoma alebo viacerými laboratóriami podľa vopred určených podmienok.
- Cyklus skúšky spôsobilosti - realizácia jednotlivého programu skúšky spôsobilosti.
- Predmet skúšky spôsobilosti – vzorka, výrobok, artefakt, referenčný materiál, časť zariadenia, merací etalón, súbor dát alebo iná informácia použitá pri skúške spôsobilosti.
- Organizátor PSS - organizácia, ktorá sa zaoberá návrhom a vykonávaním programu skúšok spôsobilosti.
- Koordinátor PSS - osoba zodpovedná za koordináciu všetkých činností zahrnutých do výkonu programu skúšok spôsobilosti.
- Zákazník – organizácia alebo fyzická osoba, ktorým je poskytovaný program skúšok spôsobilosti na zmluvnom základe.
- Účastník – laboratórium, organizácia alebo fyzická osoba, ktorá dostane položky skúšok spôsobilosti a odovzdá výsledky na posúdenie organizátorovi skúšok spôsobilosti.

Spôsobilosť NRL ako organizátora PSS

VÚVH zabezpečuje MPS pre hydroanalytické laboratóriá na Slovensku od roku 1987. NRL spĺňa požiadavky na prípravu a vykonávanie MPS, má dlhoročné skúsenosti s konkrétnym predmetom skúšok spôsobilosti a je spôsobilý pre meranie predmetov a ich vlastností, ktoré majú byť stanovované v rámci MPS. Túto odbornú spôsobilosť deklaruje akreditáciou v zmysle normy STN EN ISO/IEC 17 025 [2]. NRL spôsobilosť vykonávať akreditovanú činnosť nestranne a dôveryhodne preukazuje plnením požiadaviek EN ISO/IEC 17043 [1]. Špecifikácia činnosti NRL ako organizátora PSS je dokumentovaná v prílohe k Osvedčeniu, kde je uvedený:

- predmet skúšok spôsobilosti,
- porovnávané vlastnosti – ukazovatele,
- rozsah porovnávaných hodnôt,
- interval opakovania skúšok spôsobilosti.

Predmety z rozsahu akreditácie sú rozdelené do troch oblastí:

- Oblasť chemických metód

- Oblasť biologických metód
- Odber vzoriek vody

Stanovované ukazovatele sú do jednotlivých oblastí zaradené podľa porovnávajúcich vlastností nasledovne:

Oblasť chemických metód	<ul style="list-style-type: none">• rádiochemický rozbor (RR)• stopová anorganická analýza (SAA)• stopová organická analýza (SOA)• základný fyzikálno-chemický rozbor (ZFCHR): ZPV pre pitné/povrchové vody ZOV pre povrchové/odpadové vody
Oblasť biologických metód	<ul style="list-style-type: none">• ekotoxikologické skúšky (ETS)• hydrobiologický rozbor vody (HBR)• mikrobiologický rozbor vody (MBR)
Odber vzoriek vody	<ul style="list-style-type: none">• odber pitnej vody (OPiV)• odber povrchovej vody (OPoV)• odber odpadovej vody (OOV)

Program skúšok spôsobilosti je zameraný na organizovanie troch typov skúšok:

- **medzilaboratórne porovnávacie skúšky** (interlaboratory comparison tests),
- **stanovenie známej hodnoty** (known-value schemes),
- **skúšky hodnotiace časť postupu** (partial-process schemes).

Organizovanie MPS

PSS organizovaný NRL sa týka analýzy pitných, povrchových a odpadových vôd v súlade s požiadavkami platnej legislatívy.

Vzorky na MPS sú pripravované a analyzované v akreditovanom skúšobnom laboratóriu NRL.

Pri PSS zameraných na odber vzoriek vôd sa v súlade s požiadavkami platnej legislatívy okrem stanovenia požadovaných ukazovateľov kvality vody na mieste odberu a určených ukazovateľov v odobraných vzorkách hodnotí aj technika a spôsob odberu, odberové zariadenie a príslušná dokumentácia spolu s preverením teoretických znalostí. Odbery vzoriek sa konajú na uskutočňujú na vytipovaných odberových miestach.

Účasť v MPS organizovaných NRL

Dostupnosť PSS je obvykle bez obmedzení. Môže sa ich zúčastniť ľubovoľný počet laboratórií z rôznych oblastí záujmu činnosti. Jediné obmedzenie je splnenie požiadaviek na daný typ PSS.

Nový záujemca o účasť v PSS sa prihlasuje do evidencie NRL doručením vyplnenej Prihlášky do evidencie NRL. Na potvrdenie registrácie je laboratóriu zaslaná potvrdená kópia prihlášky do evidencie.

Účasť v PSS je anonymná a dôverná. Účastníci sú v databáze NRL vedení pod stálym tzv. **evidenčným číslom**, ktoré sa používa v bežnom styku/komunikácii s účastníkmi MPS. V každom projekte MPS je účastníkom pridelený **identifikačný kód „rk“ (random kod)**. Je to náhodne generované číslo, ktoré sa mení pri každej MPS a je oznámené iba konkrétnemu účastníkovi MPS. V záverečných správach MPS sú výsledky uvádzané pod týmto identifikačným kódom.

Závazná prihláška na MPS

Na začiatku každého roka pripraví NRL ročný plán PSS, v ktorom sú pre účastníkov uvedené:

- oblasti pôsobnosti (chemické, biologické metódy, odber vzoriek vody),
- názvy a označenie jednotlivých MPS,
- termíny uskutočnenia MPS,
- sledované ukazovatele a použitá matrica.

Ponuka – záväzná objednávka

O pripravovaných MPS, podľa ročného plánu, sú potenciálni účastníci informovaní v dostatočnom časovom predstihu (obvykle 2 mesiace). Ponuka na konkrétne MPS vo forme „Závaznej prihlášky – objednávky“ je zasielaná laboratóriám, ktoré sú v adresári NRL na základe predchádzajúcej účasti, alebo ktoré o zaradenie do PSS požiadajú. Návrh ponuky obsahuje podrobnejšie informácie o konkrétnej MPS ako sú termín konania MPS, pripravované ukazovatele, ceny, termín zaslania prihlášok, spôsob distribúcie, distribučné centrum atď.

V prípade záujmu uvedie laboratórium v prihláške svoju identifikáciu, požadované ukazovatele, miesto preberania vzoriek, celkovú cenu objednávky podľa cenníka a potvrdí prehlásenie, ktorým sa zaväzuje že:

- bude rešpektovať pokyny pre jednotlivé MPS a dodrží celkový časový plán MPS,
- všetky analýzy budú vykonané vo vlastných laboratóriách vlastnými pracovníkmi,
- uhradí náklady záväzne objednaných vzoriek aj v prípade ich neprevzatia.

Vyplnenú a autorizovanú prihlášku je potrebné doručiť na VÚVH do stanoveného termínu.

Príprava, distribúcia a preberanie vzoriek

NRL venuje príprave predmetov skúšok spôsobilosti mimoriadnu pozornosť v celom procese PSS, od odberu prírodných vzoriek, cez prípravu modelových a obohatených prírodných vzoriek, manipuláciu so vzorkami, až po distribúciu k účastníkom MPS. Organizátor dodržiava všetky potrebné podmienky na zabezpečenie kvality dodávaných vzoriek, pričom sa riadi pokynmi pre odber vzoriek, výber vhodného materiálu vzorkovníc, spôsob konzervácie, transport a skladovanie vzoriek, uvedenými v príslušných normách kvality vody pre odber vzoriek vody. Na prípravu vzoriek, predmetov PSS, uvedených v špecifikácii činnosti, má NRL vo svojich oddeleniach vypracované podrobné štandardné operačné postupy (ŠOP).

Pripravené vzorky sú testované na homogenitu a stabilitu, pričom sa pracuje len s príslušným podielom vzorky, t. j. vzorkovnice určené náhodným výberom.

Na zamedzenie tajných dohovorov medzi účastníkmi organizátor pripravuje niektoré vzorky na rôznej koncentračnej úrovni a vzorky adresne distribuuje. O tejto možnej skutočnosti vopred informuje účastníkov.

Vzorky sa v rámci jedného MPS distribuuju v jeden deň všetkým účastníkom a vydávajú sa v troch distribučných centrách – Bratislave, Banskej Bystrici a v Košiciach. Zahraničným účastníkom a vo výnimočných prípadoch aj účastníkom v rámci Slovenska sú vzorky zasielané kuriérskou službou na náklady účastníka. Takto môžu byť doručené len modelové konzervované vzorky a musí byť dodržaný termín analýz platný pre všetkých účastníkov MPS.

Organizátori zabezpečujú do odberových miest aj rezervné vzorky (pre prípad poškodenia niektorej vzorky resp. rozšírenia niektorej objednávky).

V prihlásených distribučných centrách sú vzorky vydávané určeným pracovníkom na základe obdržaných pokynov a zoznamu účastníkov v preberacom protokole. Účastníci (kompetentní pracovníci) preberajú vzorky osobne a prevzatie vzoriek spolu so sprievodnou dokumentáciou (pokyny pre spracovanie vzoriek a rozborové listy) potvrdzujú podpisom v preberacom protokole. V prípade, že zákazník nemôže prebrať vzorky osobne môže splnomocniť na prevzatie predmetov skúšania inú osobu, ktorá odovzdá splnomocnenie pracovníkovi NRL v príslušnom distribučnom centre.

Pokyny a informácie pre účastníkov MPS obsahujú minimálne údaje o spôsobe manipulácie so vzorkou (skladovanie, predúprava, príprava na analýzu, spracovanie), zoznamom používaných metód, termínmi analýz a zaslania výsledkov.

Rozborový list je dokument, kde účastníci zaznamenávajú výsledky stanovení. Rozborový list obsahuje:

- označenie MPS,
- identifikáciu účastníka - evidenčné číslo, názov laboratória, kontakt na laboratórium,
- tabuľku výsledkov (ukazovateľ, číslo vzorkovnice, udávané jednotky, kód skúšobnej metódy, dátum analýzy, udávané neistoty),
- meno a podpis pracovníka zodpovedného za správnosť výsledkov,
- pečiatka laboratória.

V rozborovom liste môže účastník uviesť svoje pripomienky a návrhy k danej MPS. Od účastníka sa vyžaduje prehlásenie, že všetky analýzy boli vykonané v uvedenom laboratóriu. Vyplnený a autorizovaný rozborový list je potrebné doručiť na VÚVH do stanoveného termínu.

Výber metód a postupov

Pri spracovaní vzoriek MPS NRL ako organizátor PSS vyžaduje od účastníkov postupovať rovnakým spôsobom ako pri bežných vzorkách analyzovaných v laboratóriu a používať zavedené metódy, pokiaľ to nie je inak nariadené v pokynoch. Len pri špecializovaných PSS zameraných na porovnávanie metód a pri uzančných metódach sa vyžaduje použitie konkrétnych metód. Organizátor PSS poskytuje účastníkom zoznam bežne dostupných metód pre jednotlivé ukazovatele s priradeným kódom metódy a od účastníkov MPS požaduje identifikáciu použitej metódy v Rozborovom liste, prípadne pri neštandardných metódach detaily použitého postupu resp. použitú literatúru. Súčasťou záverečných správ v oblasti skúšania vôd v danej MPS je aj zoznam a vyhodnotenie použitých metód pre stanovenie jednotlivých ukazovateľov.

Vyhodnocovanie výsledkov MPS

Metódy štatistického vyhodnocovania sú v súlade s požiadavkami medzinárodnej normy používanej v oblasti skúšok spôsobilosti [1]. Výsledky zaslané účastníkmi MPS sú spracované v PC s validovaným softvérovým systémom. Na spracovanie údajov sa využíva program Microsoft Office Excel, v ktorom sa vykonávajú kontrolné výpočty, testy stability a homogenity, hodnotenie metód a grafické vyhodnocovanie výkonnosti laboratórií. Celý proces vyhodnocovania výsledkov účastníkov z MPS má NRL spracovaný v štandardnom operačnom postupe. Dôležitým krokom pri hodnotení výsledkov je určenie referenčnej hodnoty a kritérií hodnotenia.

Určenie vzťažnej hodnoty

Pri určovaní vzťažnej resp. referenčnej hodnoty postupuje NRL podľa pravidiel uvedených v Prílohe B.2 normy [1]. Okrem toho zohľadňuje aj požiadavky vyplývajúce zo spôsobu prípravy vzorky, typu vzorky a oblasti požadovaných analýz. V zmysle uvedených skutočností určuje NRL vzťažné resp. referenčné hodnoty:

- na základe špecifickej prípravy vzorky pripravené riedením a zmiešavaním certifikovaného alebo referenčného materiálu (C)RM – **známa hodnota**
- ako **certifikovaná referenčná hodnota**, keď bol použitý CRM,
- na základe výsledkov účastníkov MPS – **konsenzná hodnota**, vypočítaná použitím štatistickej metódy popísanej v ISO 13528 [3].

Prijaté referenčné hodnoty sú oznámené účastníkom najskôr na webovej stránke VÚVH po termíne určenom na zaslanie výsledkov.

Určenie kritérií hodnotenia

Stanovenie hodnotiaceho kritéria t.j. parametra určujúceho rozsah (interval) prijateľných hodnôt závisí od viacerých vplyvov ako sú koncentračná úroveň sledovaného ukazovateľa, presnosť použitých metód, výsledky skúšok homogenity a stability. Vzhľadom k referenčnej hodnote používa NRL na určenie intervalu vyhovujúcich výsledkov nasledovné kritériá v percentuálnom vyjadrení z prijatej referenčnej hodnoty:

- **pre oblasť chemických metód:**
 - ± 10 až 40 % (RR, SAA, ZFCHR – ZPV aj ZOV);
 - ± 20 až 50 % (SOA);
- **pre oblasť biologických metód:**
 - ± 10 až 50 % (ETS);
 - ± s_R až 3 s_R (ETS, HBR, MBR), pričom (s_R) = smerodajná odchýlka reprodukovateľnosti daného štatistického súboru.
- **pre odber vzoriek vody** sa kritériá pre určenie intervalu vyhovujúcich výsledkov analýz vykonávaných pri odbere a/alebo v odobratých vzorkách v zmysle

príslušných požiadaviek nariadení vlády a noriem odvíjajú od kritérií vhodných pre vybraný sledovaný ukazovateľ v danej MPS.

Vzhľadom na charakter činností v rámci MPS zameraných na odber vzoriek vody hodnotenie spôsobilosti odberových skupín je okrem hodnotenia analýz vybraných požadovaných ukazovateľov na mieste a/alebo v odobratých vzorkách kladený dôraz predovšetkým na vlastný výkon odberu, vybavenie na vykonanie odberu, teoretické znalosti členov odberovej skupiny o vykonávanom type odberu a posúdenie úrovne požadovanej dokumentácie používanej pri odbere vzoriek vody.

Vyhodnotenie MPS

Hodnotenie výsledkov MPS je anonymné a konkrétne výsledky pozná iba spracovateľ MPS a účastník. O svojich výsledkoch je účastník informovaný v záverečnej správe MPS. Účastníci majú možnosť jednotlivito konzultovať svoje výsledky, použité metódy, problémy s analýzou vzoriek, príčiny neúspešnosti v MPS a pod, v konzultačných dňoch uvedených v pokynoch k danej MPS, alebo v inom termíne po dohode s koordinátorom PSS alebo priamo s pracovníkom NRL zodpovedným za danú oblasť PSS.

Záverečná správa: Obsahuje všetky relevantné informácie o MPS - cieľ a zameranie MPS, stanovené termíny, základné údaje o príprave vzoriek, ich homogenite a stabilite, použité metódy, referenčné hodnoty a interval vyhovujúcich hodnôt pre jednotlivé ukazovatele, štatistické vyhodnotenie výsledkov, stručné zhodnotenie výsledkov a vyjadrenie organizátora ku výkonnosti laboratórií a ku pripomienkam a návrhom účastníkov MPS. Súčasťou záverečnej správy zaslanej jednotlivým účastníkom MPS v oblasti skúšania vôd je aj ich Osvedčenie o správnosti dosiahnutých výsledkov a príloha s dosiahnutými výsledkami. V oblasti odberu vzoriek vody odberové skupiny úspešnou účasťou v danej MPS získajú dve Osvedčenia: Osvedčenie o účasti v MPS, kde sa uvádzajú mená členov odberovej skupiny a Osvedčenie o spôsobilosti vykonávať odber vzoriek daného typu vody a správnosti dosiahnutých výsledkov v príslušnej MPS. Záverečná správa o výsledkoch MPS a príslušné osvedčenie sú účastníkom zasielané poštou len po uhradení nákladov za objednané MPS.

Pokiaľ účastník uplatňuje námietky k organizácii, priebehu alebo vyhodnoteniu MPS, môže ich uplatniť písomne u koordinátora PSS do 30 dní od dňa, kedy namietaná skutočnosť nastala.

Kontakt na koordinátora PSS:

Ing. Angelika Kassai, PhD.
Nábr. arm. gen. L. Svobodu 5
812 49 Bratislava
Tel.: 02/59343485
E-mail: angelika.kassai@vuvh.sk

Záver

Medzilaboratórne porovnávacie skúšky patria medzi základné prvky vonkajšieho kontrolného systému kvality. Poskytuje laboratóriám objektívny dôkaz o úrovni spoľahlivosti nimi produkovaných výsledkov. Na základe dosiahnutých výsledkov si účastníci MPS overujú alebo vylepšujú svoj systém kvality v laboratóriu. Úspešná účasť laboratórií v MPS umožňuje preukázať svoje schopnosti Osvedčením získaným v danej MPS aj navonok.

Odkazy

- [1] EN ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
- [2] STN EN ISO/IEC 17025:2005, Všeobecné požiadavky na kompetentnosť skúšobných a kalibračných laboratórií (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)
- [3] ISO 13528:2005, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison