



POKYNY A INFORMÁCIE PRE ÚČASTNÍKOV MPS-ZPV-4/2018

Pri spracovaní vzoriek MPS postupujte rovnakým spôsobom ako pri bežných vzorkách analyzovaných vo vašom laboratóriu (pokiaľ to nie je uvedené v pokynoch inak) a v súlade so správnou laboratórnou praxou vrátane požiadaviek na bezpečnosť.

Niektoré ukazovatele môžu byť pripravené vo viacerých koncentráciach, preto **vždy uvádzajte v rozborovom liste aj čísla vzorkovnic** (uvedené vedľa názvu ukazovateľa).

1. **Prírodnú vzorku** (povrchová voda bez konzervácie) v 1000 ml alebo 2000 ml plastovej vzorkovnici (podľa počtu stanovovaných ukazovateľov) uchovajte v tme pri (1-5) °C a **analyzujte do 18.4.2018**. V tejto vzorke sa stanovujú ukazovatele: **A²⁵⁴**, **pH** (pri 25°C), **elektrolytická vodivosť** (EK pri 20°C aj EK pri 25°C), **KNK_{4,5}**, **K**, **Na**, **Ca**, **Mg**, **suma Ca+Mg**, **Cl⁻**, **SO₄²⁻**, **RL₁₀₅** a **RL₅₅₀**. **Vzorka sa neriedi.**

Vzorku na stanovenie RL prefiltrujte cez filter s veľkosťou pórov 0,45 µm.

2. **Modelové vzorky** - koncentráty na stanovenie **CHSK_{Cr}**, **BSK₅**, **BrO₃⁻**, **ClO₂⁻**, **NH₄⁺**, **NO₃⁻**, **NO₂⁻**, **N_{celk}**, **N_{org}**, **F⁻**, **PO₄³⁻**, **P_{celk}** a **SiO₂** uchovajte v tme pri (1-5) °C a **spracujte do 25.4.2018**. Modelové vzorky sú dodávané v 20 ml HDPE vzorkovniciach a pred stanovením ich riedte **100x** (t.j. 1 diel vzorky + 99 dielov vody) **okrem vzorky BrO₃⁻, ClO₂⁻ a SiO₂, ktorú je potrebné riediť 50x** (t.j. 1 diel vzorky + 49 dielov vody)!!! **Výsledky uvádzajte v takto nariadených vzorkách.**

Odporúčanie: Vzorku pre stanovenie BSK₅ je potrebné inokulovať.

3. **Modelová vzorka** na stanovenie **NL₁₀₅** je dodaná v dvoch 20 ml HDPE vzorkovniciach na dve paralelné stanovenia. Modelovú vzorku uchovajte v tme pri (1-5) °C a **spracujte do 25.4.2018**. Každú vzorkovnicu samostatne naředte tak, že celý obsah vzorkovnice kvantitatívne preneste do **1000 ml** odmernej banky a doplňte po rysku destilovanou vodou. Po premiešaní odoberte 1-krát alikvotnú časť na jednu analýzu. Výsledky uvádzajte v takto nariadenej vzorke. **Do protokolov uvádzajte dva výsledky – jeden z každej vzorkovnice.**
4. **Modelová vzorka** na stanovenie **AOX** (konzervovaná s HNO₃) je dodaná v **500 ml sklenej vzorkovnici**. Vzorku uchovajte v tme pri (1-5) °C a **analyzujte do 20.4.2018**. Modelová vzorka na stanovenie **AOX sa neriedi.**
5. **Prírodnú obohatenú vzorku** na stanovenie **DOC** (povrchová voda konzervovaná kyselinou sírovou na pH 1 až 2) v 250 ml sklenej vzorkovnici uchovajte v tme pri (1-5) °C a **analyzujte do 20.4.2018**. **Vzorka sa neriedi.** Z dôvodu zabezpečenia kvality musela byť vzorka konzervovaná ihneď po jej príprave. **Preto vzorku už nekonzervujte. Pred samotnou analýzou DOC vzorku prefiltrujte.**
6. **Prírodnú obohatenú vzorku** na stanovenie **CHSK_{Mn}** (povrchová voda konzervovaná kyselinou sírovou na pH 1 až 2) v 250 ml sklenej vzorkovnici uchovajte v tme pri (1-5) °C a **analyzujte do 20.4.2018**. **Vzorka sa neriedi.**
7. **Prírodnú obohatenú vzorku** na stanovenie **PAL_A** v 500 ml **sklenej vzorkovnici** (konzervovaná chloroformom) uchovajte v tme pri (1-5)°C a **spracujte do 20.4.2018**. Vzorka sa **neriedi**. Pre stanovenie aniónaktívnych tenzidov **PAL_A** odporúčame použiť ako kalibračný štandard dodekán-1-sulfát sodný (C₁₂H₂₅NaO₄S, laurylsulfát sodný). V prípade použitia iného štandardu použite prepočítavacie faktory uvedené v STN EN 903:1999 a **výsledky stanovenia PAL_A uvádzajte prepočítané na dodekán-1-sulfát sodný.**
8. **Prírodnú obohatenú vzorku** na stanovenie **NEL** (upravená podzemná voda konzervovaná organickým rozpúšťadlom) v dvoch 1000 ml sklenených vzorkovniciach uchovajte v tme pri (1-5) °C a **analyzujte do 20.4.2018**. Ukazovatele **NEL_{UV}** a **NEL_{IC}** budú vyhodnocované spoločne ako NEL. Uvedené ukazovatele budú hodnotené zvlášť pri sledovaní úspešnosti použitých metód.
Pri spracovaní týchto vzoriek je potrebné stanoviť NEL v obidvoch 1000 ml vzorkovniciach a výsledky udať ako stanovenie 1 (jedna vzorkovnica), stanovenie 2 (druhá vzorkovnica). Pri použití kalibračnej krivky na vyhodnotenie koncentrácie NEL odporúčame použiť štandard pripojený ku vzorkovnici (**ampulku so štandardom použiť len na zostrojenie kalibračnej krivky, nepridávať do vzorkovnic!!!**). Taktiež odporúčame použiť dvojnásobnú extrakciu s 15 a 10 ml extrakčného činidla.
9. **Dôležité upozornenie!!!**
 - Z dôvodu nedostatočného počtu prihlásených účastníkov na výpočet referenčnej hodnoty pre prírodnú vzorku boli zmenené matrice z prírodnej vzorky na modelovú vzorku pre ukazovatele **AOX** a **SiO₂**.
10. **Metódu stanovenia** zreteľne označte – **uvedte kód metódy** podľa priloženého zoznamu. V prípade stanovenia príslušného ukazovateľa inou metódou, uveďte v priloženej tabuľke stručný popis metódy.
11. **Výsledky** posielajte na adresu uvedenú v hlavičke tohto dokumentu poštou alebo **elektronickou poštou ako autorizovaný rozborový list (pečiatka a podpis), naskenovaný a zaslaný v pdf formáte**. Uvádzajte ich jednoznačne (výsledok jednej metódy, jedného prístroja, jedného pracovníka) a **vždy s požadovaným počtom stanovení** a požadovaným zaokrúhľovaním. Pri paralelnom stanovení je potrebné opakovať celý postup stanovenia.



12. Koncentračné rozsahy:

(0,01 - 1,0) mg/l	AOX, BrO ₃ ⁻ , ClO ₂ ⁻ , NH ₄ ⁺ , NO ₂ ⁻ , PO ₄ ³⁻ , P _{celk} , F, PAL _A , NEL	(10 – 150) mS/m	EK(20), EK(25)
(1 – 250) mg/l	DOC, CHSK _{Mn} , CHSK _{Cr} , BSK ₅ , K, Na, Ca, Mg, Cl ⁻ , NO ₃ ⁻ ,	(0,5 – 10) mmol/l	KNK _{4,5} , Ca+Mg
	NL ₁₀₅ , N _{celk} , N _{org} , SiO ₂ , SO ₄ ²⁻	(0,001 - 0,1)	A ²⁵⁴
(100 – 1000) mg/l	RL ₁₀₅ , RL ₅₅₀	5 - 10	pH

13. Výsledky zaokrúhľujte podľa nasledovnej tabuľky:

ukazovateľ	AOX	A ²⁵⁴	BSK ₅	BrO ₃ ⁻	Ca	Ca+Mg	DOC	Cl ⁻	ClO ₂ ⁻	EK(20)	EK(25)
zaokrúhľenie výsledku	0,1	0,001	0,1	0,001	0,1	0,01	0,1	0,1	0,001	0,1	0,1
ukazovateľ	F	CHSK _{Cr}	CHSK _{Mn}	KNK _{4,5}	K	Mg	Na	NH ₄ ⁺	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	N _{celk}
zaokrúhľenie výsledku	0,01	0,1	0,01	0,01	0,1	0,1	0,1	0,001	0,001	0,1	0,01
ukazovateľ	N _{org}	NEL	NL ₁₀₅	pH	PAL _A	PO ₄ ³⁻	P _{celk}	RL ₁₀₅	RL ₅₅₀	SiO ₂	SO ₄ ²⁻
zaokrúhľenie výsledku	0,01	0,01	1	0,01	0,01	0,001	0,001	1	1	0,01	0,1

14. **Do protokolov uvádzajte** ku každému výsledku aj **rozšírenú neistotu U v jednotkách, v ktorých sa uvádza výsledok daného ukazovateľa** (ak ju bežne uvádzate v percentách, prepočítajte neistotu na vhodné jednotky: mg/l, mS/m, mmol/l a pod.). Tento údaj nebude mať vplyv na vyhodnotenie výsledkov.
15. **Výsledky zašlite do 2.5.2018 (pečiatka pošty). Žiadame o dodržanie termínov spracovania vzoriek a zaslania výsledkov!!!** Pre vystavenie osvedčenia a archiváciu materiálov z MPS už nie je potrebné poslať originál rozborového listu poštou. **Vždy uvádzajte evidenčné číslo laboratória** (štvorčísle na sáčku s modelovými vzorkami).
Ak sa v záznamoch **zistí chyba a vykonávajú sa opravy**, musia sa prijať opatrenia na identifikáciu zmeny a dátum úpravy, identifikáciu osôb prevádzajúcich zmenu a zabránenie straty pôvodných dát (EN ISO/IEC 17043:2010, kap. 5.13.2.3). Korektná zmena/oprava záznamu (výsledku) znamená, že pôvodný záznam sa neprepisuje ani nebieli, ale preškrtnie a vedľa sa napíše nový záznam. Ten musí byť opatrený dátumom, kedy bola zmena urobená a podpisom osoby (čitateľne), ktorá zmenu vykonala. Bez týchto náležitostí opravený výsledok nebude akceptovaný.
16. **Výsledky zaslané po termíne (pečiatka pošty alebo dátum zaslania mailu) nebudú zaradené do vyhodnotenia!!!**
17. **Referenčné hodnoty a interval vyhovujúcich výsledkov** z daného kola MPS budú uverejnené na webovej stránke VÚVH **do 7.6.2018**. Táto informácia slúži na rýchlu informáciu o predbežných výsledkoch MPS.
18. **Osvedčenie a záverečná správa** Vám budú zaslané poštou **do 9.7.2018 - len po uhradení faktúry!**
19. **Vyhodnotenie** MPS sa nebude uskutočňovať v rámci konzultačného dňa v jeden deň pre všetkých účastníkov MPS, pretože o tento konzultačný deň už nie je záujem. Všetky výsledky a relevantné informácie budú uvedené v záverečnej správe z tejto MPS. Účastníci MPS majú vždy možnosť individuálnej konzultácie ohľadom MPS mailom, telefonicky alebo osobne po dohode s príslušnými zodpovednými pracovníkmi. Všetky aktuálne informácie ohľadom MPS budú včas uvedené na internetovej stránke VÚVH – www.vuvh.sk.
20. **Náklady** za objednané vzorky Vám budú fakturované podľa cenníka aj v prípade, že ich laboratórium neprevezme.
21. V zmysle normy EN ISO/IEC 17043:2010, kap. 4.10.4, môže regulačný orgán vo výnimočných prípadoch požadovať priame poskytnutie výsledkov od organizátora PSS. Zainteresovaní účastníci musia byť o tejto skutočnosti oboznámení písomne.
22. **Pri problémoch alebo nejasnostiach týkajúcich sa MPS neváhajte a zavolajte na t.č.: 02/59343485, 02/59343428, 02/59343450, 0918360169, prípadne píšete na mail: angelika.kassai@vuvh.sk alebo jana.tkacova@vuvh.sk.**
- Upozornenie:** Pri zasielaní výsledkov elektronickou poštou (nutný Windows 97, alebo vyššia verzia) **je potrebné wordovský dokument rozborového listu uložiť do svojho počítača** a po jeho vyplnení zaslať e-mailovou poštou na adresu: angelika.kassai@vuvh.sk.

Prehľad termínov MPS-ZPV-4/2018:

Prevzatie vzoriek:	17.4.2018
Odoslanie výsledkov:	2.5.2018
Uverejnenie referenčných hodnôt na webovej stránke:	7.6.2018
Zaslanie záverečnej správy:	9.7.2018



METÓDY STANOVENIA MPS-ZPV-4/2018

Ukazovateľ	Kód metódy	STN, ISO	Metóda / činidlo
A ²⁵⁴	10	STN 75 7360:1991	Absorbancia pri 254 nm, kyveta s optickou dráhou 1 cm
AOX	10	STN EN ISO 9562	Adsorpcia na aktívnom uhlí, mikrocoulogmetria
BrO ₃ ⁻	10	STN EN ISO 15061: 2002	Iónová kvapalinová chromatografia
	20	Hydrochémia 2004	Spektrofotometria / MO
	30	US EPA 300.1: 1999	Iónová kvapalinová chromatografia
	40	Aplikačný list č.24, Villa Labeco	ITP-CZE
	50	Aplikačný list č.38, Istran	Vnútroelektródová coulometrická titrácia
BSK ₅	20	STN EN 1899-1: 2001, STN EN ISO 5814: 2013	Zried. očkov. metóda / kyslíková sonda
	30	STN EN 1899-1: 2001, STN EN 25813: 1996	Zried. očkov. metóda / titračne jodometricky
	40	STN EN 1899-2: 2001, STN EN ISO 5814: 2013	Metóda pre neriedené vzorky / kyslíková sonda
	50	STN EN 1899-2: 2001, STN EN 25 813: 1996	Metóda pre neriedené vzorky / titračne jodometricky
	60		Respirometrická manometrická metóda
Ca	10	STN ISO 6058: 1999	Titračná metóda / EDTA
	20	STN EN ISO 7980	AAS
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová chromatografia
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP
Ca + Mg	10	STN ISO 6059: 1999	Titračná metóda / EDTA
	20	STN EN ISO 7980: 2002	AAS / výpočet
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza / výpočet
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová chromatografia / výpočet
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP / výpočet
Cl ⁻	10	STN ISO 9297: 2000	Titračná / dusičnan strieborný / chromanový indikátor
	20	STN 75 7482: 2007	Titračná / dusičnan ortuťnatý
	30	STN 75 7430: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 10304-1: 2009	Iónová chromatografia
	60	STN EN ISO 15682: 2002	Potenciometrická / FIA (CFA) / ISE
	70	STN EN ISO 15682: 2002	Spektrofotometria / FIA (CFA) / HgSCN
	80	Aplikačný list č.21, Villa Labeco	Zónová kapilárna elektroforéza
ClO ₂ ⁻	10	STN EN ISO 10304-4: 2001	Iónová kvapalinová chromatografia
	20	Hydrochémia 2004	Spektrofotometria / MO
	30		Spektrofotometria / amarant
	40	Aplikačný list č.24, Villa Labeco	ITP-CZE
	50	Aplikačný list č.73, Istran	Vnútroelektródová coulometrická titrácia
DOC	10	STN EN 1484: 2000	Oxidácia C _{org} na CO ₂ / detekcia IČ, FID, coulometria, tepel. vodiv. detekcia atď.
EK	10	STN EN 27888: 1998	Priame stanovenie elektrolytickej vodivosti pri 20°C alebo 25°C
F ⁻	10	STN 75 7484: 2007	Spektrofotometria / zirkóniumalizarin
	20	STN ISO 10359-1: 2000	Elektrochemickou sondou (ISE)
	30	STN 75 7430: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 10304-1: 2009	Iónová kvapalinová chromatografia
CHSK _{Cr}	10	STN 75 7376: 2007	Stanovenie dvojchromanom / titračne/ metóda pre málo znečistené vody
	20	ISO 15 705: 2005	Stanovenie dvojchrom. fotometricky / skúmavková metóda
	30	STN ISO 6060: 2000	Stanovenie dvojchromanom / titračne



Ukazovateľ	Kód metódy	STN, ISO	Metóda / činidlo
CHSK _{Mn}	10	STN EN ISO 8467: 2000	Stanovenie manganistanom, vodný kúpeľ
K	10	STN ISO 9964-3: 2000	FES
	20	STN ISO 9964-2: 2000	AAS
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová chromatografia
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP
KNK _{4,5}	10	STN EN ISO 9963-1, kap. 5.3.1: 1998	Potenciometrická indikácia
	20	STN EN ISO 9963-1, kap. 5.3.2: 1998	Vizuálna indikácia na zmesný indikátor
Mg	10	STN ISO 6058: 1999	Výpočtom zo sumy (Ca + Mg) a Ca
	20	STN EN ISO 7980: 2002	AAS
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová chromatografia
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP
Na	10	STN ISO 9964-3: 2000	FES
	20	STN ISO 9964-1: 2000	AAS
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová chromatografia
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP
NEL	20	STN 83 0520-27a; STN 83 0530-36b: 1978 / zmena 1982	Spektrofotometria v IČ oblasti
	30	STN 83 0520-27a, STN 83 0530-36a: 1978 / zmena 1982	Spektrofotometria v UV oblasti
	40	STN EN ISO 9377-2: 2003	Extrakcia rozpúšťadlom / plynová chromatografia
NL ₁₀₅	10	STN EN 872: 2005	Gravimetria / membránový filter 0,45 µm / výpočet
	30	STN EN 872: 2005	Gravimetria / filtre zo sklen. vlákien 0,4 (0,7) µm / výpočet
NH ₄ ⁺	20		Spektrofotometria / Nesslerove činidlo
	30	STN 75 7431: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 14911: 2002	Iónová kvapalinová chromatografia
	50	STN ISO 7150-1: 1995	Spektrofotometria / indofenolová metóda
	60	STN ISO 6778: 1995	Potenciometria / ISE
	70	STN EN ISO 11732: 2005	Spektrofotometria / FIA / amoniak / pH indikátor
	80		Zónová kapilárna elektroforéza
	90	STN ISO 5664: 1995	Odmerná metóda po destilácii
NO ₂ ⁻	10	STN EN 26777: 1998	Spektrofotometria / 4-aminobenzénsulfónamid
	30	STN 757430: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN 10304-1: 2009	Iónová kvapalinová chromatografia
	70	STN EN ISO 13395: 2001	Spektrofotometria / FIA (CFA) / sulfónamid / NED
	80		Zónová kapilárna elektroforéza
NO ₃ ⁻	10	STN ISO 7890-3: 2000	Spektrofotometria / salicylan sodný
	20		Spektrofotometria / UV
	30	STN 757430: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 10304-1: 2009	Iónová kvapalinová chromatografia
	50		Zónová kapilárna elektroforéza
	70	STN EN ISO 13395: 2001	Spektrofotometria / FIA (CFA) / sulfónamid / NED
	80	ISO 6635: 1984	Spektrofotometria / kys. sulfosalicylová / NEDA modifik.



Ukazovateľ	Kód metódy	STN, ISO	Metóda / činidlo
N_{celk}	40	STN EN 25663: 1998	Titračná metóda / Kjeldahl / Se / výpočet
	50	STN EN ISO 11905-1: 2000	Spektrofotometria / peroxidisíran / príloha C.4
	70	STN EN ISO 11905-1: 2000	Spektrofotometria / CFA / peroxidisíran
	80	STN EN 12260: 2004	Chemiluminiscenčná metóda
	100	STN EN 25663: 1998	Spektrofotometria / Kjeldahl / Se / výpočet
N_{org}	40	STN EN 25663: 1998	Titračná metóda / Kjeldahl / Se / výpočet
	50	STN EN ISO 11905-1: 2000	Spektrofotometria / peroxidisíran / výpočet
	70	STN EN ISO 11905-1: 2000	Spektrofotometria / CFA / peroxidisíran / výpočet
	80	STN EN 12260: 2004	Chemiluminiscenčná metóda / výpočet
	100	STN EN 25663: 1998	Spektrofotometria / Kjeldahl / Se / výpočet
PAL_A	10	STN EN 903:1999	Spektrofotometria / metylénová modrá
PO₄³⁻	10	STN EN ISO 6878: 2005	Spektrofotometria / molybdénan / kys. askorbová
	20	SM 4500-P D Method*	Spektrofotometria / molybdénan / SnCl ₂
	30	STN 757430: 1997: 2009	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 10304-1: 2009	Iónová kvapalinová chromatografia
	70	SM 4500-P F Method*	Spektrofotometria / FIA (CFA) / molybd. / k. askorbová
	80	Aplikačný list č.21, Villa Labeco	Zónová kapilárna elektroforéza
P_{celk}	10	STN EN ISO 6878: 2005	Rozklad peroxidisíranom / fotometria / molybd. / k. askorb.
	20	STN EN ISO 6878: 2005	Rozklad zmesou HNO ₃ a H ₂ SO ₄ /fotometria/ molybd./ askorb.
	30	SM 4500-P B-5, D Method*	Rozklad peroxidisíranom / fotometria / molybd. / SnCl ₂
	40		Rozklad mikrovlnný / fotometria / molybd. / k. askorb.
	50	STN EN ISO 11885: 2009	ICP AES
	60	SM 4500-P B-3, D Method*	Rozklad HClO ₄ / fotometria / molybd. / k. askorb.
	70		FIA (CFA) s UV digesciou
pH	10	STN EN SO 10523: 2012	Potenciometricky
	30	STN 99 9000: 1997	Potenciometricky
RL₁₀₅, RL₅₅₀	10	STN 75 7373: 2007	Gravimetria, výpočet
SiO₂	10	STN 75 7485: 2007	Spektrofotometria / kys. molybdatokremičitá
	50	STN EN ISO 11885: 2009	AES-ICP
SO₄²⁻	20	STN 83 0520-12a, STN 83 0530-21a	Titračná / dusičnan olovnatý
	30	STN 757430: 1997	Izotachoforéza
	40	STN EN ISO 10304-1: 2009	Iónová chromatografia
	60	SM 4500-SO4-C Method*	Gravimetrická / chlorid bárnatý / žihanie pri 800 °C
	70	SM 4500-SO4-F Method*	Spektrofotometria / CFA / metyltymolová modrá
	80	Aplikačný list č.21, Villa Labeco	Zónová kapilárna elektroforéza
	90	Hydrochémia 1983 J. Bouda	Spektrofotometria / NaCl+BaCl ₂
	120	Tento kód uveďte v prípade, ak používate sety Hach, Merck, SQ	
	130	Tento kód uveďte v prípade, ak používate metódu nenachádzajúcu sa v tomto zozname. Metódu podrobne popíšte v rozborovom liste.	
	*SM	Standard methods for examination of water and wastewater, 22-th edition, 2012, USA	