

SAVEZ HEMIJSKIH INŽENJERA SRBIJE



*Međulaboratorijsko poređenje
uzorkovanja voda
u svrhu hemijskih ispitivanja*

PT Sampling SHI - 2017

- uzorkovanje vode sa hemijskim ispitivanjima -

PT Sampling SHI - 2017

1. krug

Planiran period međulaboratorijskog uporednog merenja: **22. mart 2017.**

(Napomena: 22. mart se obeležava kao *Svetski dan voda*)

U slučaju nepovoljnih vremenskih prilika, koje mogu uticati na kvalitet sprovođenja šeme ispitivanja osposobljenosti, obezbediće se rezervni termin, a sve zainteresovane strane biti blagovremeno informisane.

Program Ispitivanja osposobljenosti

Provajder PT šeme:

Savez hemijskih inženjera, Kneza Miloša 9/I, 11000 Beograd

Kontakt osoba: Generalni sekretar, Tatijana Duduković,

tel./fax: + 381 11 3240 018 , 063 7014 383, 063 7014 393

E-mail: shi@ache.org.rs

Koordinator PT šeme

Nenad Kostić,

E-mail: nenadkostic.krusevac@gmail.com

Tehnički ekspert PT šeme

Marija Rakićević,

E-mail: marija.rakicevic@gmail.com

Podugovarač za ispitivanja i domaćin skupa:

Javno Komunalno Preduzeće za vodovod i kanalizaciju Naissus Niš, Sektor sanitarne kontrole sa laboratorijom, Niš-Mediana, Knjeginje Ljubice 1/1, 18000 Niš

Akreditovana laboratorija SRPS ISO/IEC 17025 (Akreditacioni broj 01-425, ATS)

1. Oblast merenja

Voda / voda za piće

Ispitivanja: Uzorkovanje i hemijska ispitivanja vode za piće

Mesto za uzorkovanje je odabrano, da suštinski simulira stvarna uzorkovanja na terenu u cilju hemijskih ispitivanja.

Rezultati laboratorija, u završnom Izveštaju o međulaboratorijskom **uporednom merenju**¹⁾, biće vrednovani u odnosu na dodeljenu (nominalnu) vrednost koja se uspostavlja iz vrednosti dobijenih od učesnika konsenzusom.

Rezultati se vrednuju numerički, iz Z skora, prilikom čega se mogu uzeti u obzir i merne nesigurnost dodeljene vrednosti.

¹⁾ **Uporedno merenje** uključuje:

- uzorkovanje vode za piće,
- transport uzorka do svoje laboratorije i
- ispitivanje.

2. Referentna dokumenta:

Organizacija, sprovođenje i vrednovanje rezultata PT šeme *PT Sampling SHI - 2017* izvodi se u potpunosti u skladu sa zahtevima standarda:

- SRPS ISO/IEC 17043:2011, Ocenjivanje usaglašenosti — Opšti zahtevi za ispitivanje osposobljenosti, uz statistički dizajn u odnosu na:
- ISO 13528, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

3. Termini i definicije

3.1 **PT šema** - Šema ispitivanja osposobljenosti (Proficiency Testing Schemes).

3.2 **Ispitivanje osposobljenosti** - vrednovanje rezultata laboratorija učesnica u odnosu na unapred utvrđene kriterijume primenom međulaboratorijskih poređenja.

3.2 **PT krug** - jedan završen ciklus od uzorkovanja do evaluacije rezultata i prosleđivanje učesnicima izveštaja sa rezultatima.

3.3 **PT Izveštaj** - Izveštaj o međulaboratorijskom uporednom merenju

3.4 **Nominalna vrednost** - Dodeljena vrednost pripisana određenom materijalu koji podleže ispitivanju osposobljenosti

3.5 **Test materijal** - Predmet ispitivanja koji se uzorkuje, transportuje i ispituje.

3.6 **Merno mesto** - Odabrano mesto za uzorkovanje vode za piće, sa karakteristikama pogodnim za poređenje uzorkovanja više laboratorija

4. Tehničke karakteristike PT šeme

4.1 Predmet ispitivanja PT šeme

Test materijal je voda za piće koja se uzorkuje u krugu fabrike vode *Naissus* u Nišu.

Metoda izbora je **SRPS ISO 5667- 5**, uz dodatne smernice date u **SRPS ISO 5667- 3**.

Od laboratorija učesnica se očekuje da izvrše uzorkovanje istog izvora vode, a u skladu sa sopstvenom procedurom, što podrazumeva korišćenje sopstvenog pribora za uzorkovanje sa ambalažom.

Sama merenja na mernom mestu i u laboratoriji, dalje se vrše metodama koje laboratorija inače koristi prilikom rutinskih ispitivanja vode za piće.

4.2 Plan PT šeme

Šema ispitivanja osposobljenosti *PT Sampling SHI* je šema "uporednog ispitivanja" (A.3; SRPS ISO/IEC 17043:2011). Laboratorije same uzorkuju test materijal standardnom metodom, sa svojom opremom i uzorke same transportuju do svoje laboratorije na ispitivanje parametra koji su od interesa. Očekuje se da će rezultati laboratorija zavisi od procedure uzorkovanja, transporta i ispitivanja, te će biti vrednovane za ukupan proces merenja, sa aspekta istinitosti rezultata.

Učesnici dobijaju od SHI, na **uvodnom sastanku**, pre izvođenja uzorkovanja, sve potrebne informacije o postavci šeme, uputstvima za učesnike sa važnim datumima, rokovima i slično, proceduri za uspostavljanje dodeljenih vrednosti, podatke o načinu dobijanja potvrde homogenosti i stabilnosti uzorka za ispitivanje, kao i statističkoj obradi podataka i sadržaju završnog izveštaja.

4.2.1 Obim PT šeme

Test materijal se uzorkuje u cilju određivanja sledećih svojstava:

| Oznaka | Svojstvo koje se ispituje | Merenja | Potreban pribor |
|------------|---|--|--|
| (A) | - Temperatura ambijenta, ($^{\circ}\text{C}$) - Temperatura vode, ($^{\circ}\text{C}$) | Direktna merenja na samom mernom mestu | Termometar sa Uverenjem o etaloniranju |
| (B) | - Rezidualni hlor, (mg Cl_2/L) - pH (20°C , uz temperaturnu kompenzaciju) | Direktna merenja na samom mernom mestu | Oprema za merenje: - sadržaja hlora - pH-metar |
| (C) | - Suvi ostatak, 105°C (mg/L) - Elektroprovodljivost, (20°C , $\mu\text{S}/\text{cm}$) - pH (20°C , uz temperaturnu kompenzaciju) - Hloridi, (mg Cl^-/L) - Nitrati, (mg NO_3^-/L) | Merenja u sopstvenim laboratorijama | - Ambalaža za uzorkovanje - Transportni frižider |

4.3 Izbor metode

Šema ispitivanja osposobljenosti je procena sa vrednovanjem laboratorije, uključujući i njeno osoblje, za izvođenjem standardne metode uzorkovanja (SRPS ISO 5667-5) sa ispitivanjem, koju laboratorija koristi u svom rutinskom radu, koju je akreditovala ili ima nameru, a u poređenju sa rezultatima drugih laboratorija.

U cilju ispitivanja osposobljenosti procesa uzorkovanja i dobijanja kriterijuma za vrednovanje (standardne devijacije merenja, σ_{pt}) obaveza laboratorija je da:

(A) Parametri ispitivanja, sa oznakom **A**, mogu se izvoditi isključivo etaloniranim termometrima. Ovo su parametri ispitivanja, kod kojih je metrološka sledljivost od primarne važnosti. Laboratorije su u obavezi da pre uvodnog sastanka dostave organizatoru fotokopiju PRVE STRANE Uverenja o etaloniranju za termometar koji imaju nameru da ga koriste.

Laboratorije dostavljaju jednu merenu vrednost organizatoru, odmah nakon izvršenog merenja, na samom mernom mestu.

(B) Parametri ispitivanja, sa oznakom **B**, izvode se na samom mernom mestu sa sopstvenom laboratorijskom opremom. Uzorak se uzorkuje na takav način da je moguće ispitivanje na samom mernom mestu. Uzorkovanje se vrši se u duplikatu (dva nezavisna uzorka) i svaki od parametara ispita u duplikatu (prijave dva nezavisna rezultata u svakom od uzoraka).

Merene vrednosti se organizatoru predaju odmah nakon izvršenog merenja, na samom mernom mestu.

(C) Parametri ispitivanja, sa oznakom **C**, se uzorkuju kao trenutni uzorak, na samom mernom mestu u sopstvenoj ambalaži, transportuju do svoje laboratorije i ispituju rutinskim metodama. Uzorkovanje se vrši se u duplikatu (dva nezavisna uzorka) i svaki od parametara ispita u duplikatu (prijave dva nezavisna rezultata u svakom od uzoraka).

4.4 Nominalne vrednosti

Za nominalnu vrednost, koja se koristi za ocenu uspešnosti laboratorije, biće korišćena medijana rezultata laboratorija, nakon eliminacije ekstremnih vrednosti testom po *Gruub*-u za nivo poverenja od 95% (za jedan ekstrem) i/ili 99% (za dva ekstrema).

4.4.1 Nesigurnost merenih veličina predmeta ispitivanja osposobljenosti

Potencijalni glavni izvori greške u šemi ispitivanja osposobljenosti *PT Sampling SHI -2017* obuhvataju:

- homogenost uzorka,
- stabilnost uzorka,
- transport uzorka,
- varijacije koje potiču od različitih metoda od strane učesnika.

Merna nesigurnost nominalne vrednosti izračunava se iz robusne standardne devijacije i broja laboratorija, a po sledećoj formuli: $MN = 1,25 \frac{S^*}{\sqrt{P}}$

4.5 Homogenost i stabilnost

Dokazivanje homogenosti i stabilnosti vrši se ispitivanjem iz uzoraka naizmenično uzorkovanih, u toku uzorkovanja svih učesnika.

Reprezentativni broja uzoraka (ne manje od 6 za test homogenosti i ne manji od 4 za test stabilnosti) biće testiran u laboratoriji podugovarača (*JKP Naissus, Niš*), sa kriterijumom za dovoljnu homogenost/stabilnost od $0,3\sigma$.

Napomena: Ukoliko se testovima ne može dokazati dovoljna homogenost / stabilnost test-materijala, učesnici će o tome biti obavješteni, i okolnosti uzeti u obzir prilikom procene rezultata učesnika. Ishodi mogu varirati u zavisnosti od situacije, a mogu da budu nespecifično vrednovanje rezultata (merna nesigurnost nominalne vrednosti će se uzeti u obzir prilikom vrednovanja). To će se naglasiti u PT izveštaju.

4.6 Uputstva za učesnike

Laboratorije koje su prihvatile učešće u PT šemi pod definisanim uslovima, dobijaju uz test materijal i obrazac za izveštavanje u kome su specificirani najmanje:

a) Rok za dostavljanje rezultata;

Rezultati dobijeni nakon naznačenog roka ne mogu biti uključeni u izveštaj. Ipak, Završni izveštaj je na raspolaganju svim laboratorijama koje su dobile test-materijal, bez obzira da li su njihovi rezultati bili podneti ili ne.

b) Parametre koje treba ispitati;

Laboratorije same vrši izbor iz specificiranih parametara. Laboratorija može izostaviti neke od parametara ispitivanja koja nisu predmet njenog interesovanja.

c) Jedinice mere i broj značajnih cifara;

Preporučuje se da se rezultati detaljno provere pre nego što prijave. Laboratorija na primljenom obrascu dostavlja samo finalno izračunatu vrednost. Tehnički ekspert je na raspolaganju učesnicima svo vreme trajanja šeme po ovim pitanjima. Kada su rezultati u roku jednom prijavljeni, ne mogu biti izmenjeni.

4.7 Poverljivost

Poverljivost podataka je obezbeđena dodelom jedinstvene numeričke oznake laboratorije. Ova oznaka omogućava da rezultati budu prikazani u PT-Izveštaju bez otkrivanja identiteta učesnika laboratorije. PT-Izveštaj će uvek pratiti i Uverenje o učestvovanju laboratorije u PT-krugu sa pozivanjem na oznaku laboratorije. Druge zainteresovane strane mogu se upoznati sa podacima isključivo preko samih učesnika.

4.8 Statističko modelovanje

Da bi projektovani statistički model odgovarao svrsi potrebno je obuhvatiti rezultate najmanje 8 laboratorija učesnika.

- Za sve parametre ispitivanja/merenja (**A**, **B** i **C**) rezultati se dostavljaju organizatoru, do datuma naznačenog kao krajnji rok za izveštavanje, uz **procenjenu mernu nesigurnost ispitivanja/merenja (za nivo poverenja 95%, ili $k=2$)**.

Statistički program je projektovan po sledećem modelu:

1) Testom po *Gruub*-u identifikuju se eventualno laboratorije čiji se rezultati značajno razlikuju, za nivo poverenja od 95% i/ili 99% i u cilju dalje statističke obrade ovi rezultati eliminišu.

2) Za nominalnu vrednost proglasi se medijana svih preostalih rezultata.

3) Izračuna se standardna devijacija merenja (σ_{pt}) metodom *Anova one-way* (jedna nezavisna promenljiva) u ponovljenom dizajnu sa dva podeljena nivoa, pri čemu σ_{pt} obuhvata varijansu uzorkovanja i varijansu analize.

4) Izračuna se Z-skor laboratorije za svaki parametar ispitivanja.

4.9 Vrednovanje performansi učesnika šeme za ispitivanje osposobljenosti

Vrednovanje rezultata laboratorija učesnika, prikazuje se isključivo u završnom Izveštaju o međulaboratorijskom uporednom ispitivanju.

Rezultati laboratorija se vrednuju:

- Numerički, u izrazu za Z-skor,
$$Z = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

gde je:

X_i - rezultat laboratorije,

X_{pt} - nominalna vrednost (medijana, nakon eliminacije rezultata ekstrema),

σ_{pt} - standardna devijacija

Bez obzira na broj laboratorija kritične vrednosti su sledeće:

| | | | |
|-----------------------|-------------|---|--------------------|
| Za X_i rezultate sa | $Z < 2$ | - | korektne vrednosti |
| Za X_i rezultate sa | $2 < Z < 3$ | - | diskutabilne |
| Za X_i rezultate sa | $Z > 3$ | - | nezadovoljavajuće |

4.10 Završni Izveštaj

U roku od 4 do 6 nedelja od roka za dostavljanje rezultata, izdaje se **Završni PT Izveštaj** koji sadrži sledeće informacije:

- o organizaciji PT šeme,
- o uzorku,
- o metodama,
- statistički model i rezultate sumarne statistike,
- pojedinačne rezultate svih laboratorija (pod šiframa),
- vrednovanje pojedinačnih rezultata.

5. Komunikacija i prigovori laboratorija učesnika

Komunikacija sa učesnicima se može sprovoditi preko e-mail poruka, faksa, kao i direktnih telefonskih razgovora, u cilju što bolje pripreme učesnika za ispitivanje osposobljenosti. Tehnički ekspert stoji na raspolaganju laboratorijama koje mogu da traže dodatna mišljenja i tumačenja u vezi vrednovanja svojih rezultata. Za sva pitanja oko realizacije PT šeme, odgovoran je koordinator, a za pitanja u vezi metoda/tehnika izvođenja ovlašćeni tehnički ekspert.

Eventualni prigovori će u potpunosti biti ispitani, da bi se utvrdili uzroci i donela odluka o ishodu. Ova mera će biti saopštena učesniku koji je uložio prigovor.

Tokom komunikacije sa učesnicima će se voditi računa o poverljivosti rezultata drugih laboratorija.

Iako je SHI preduzeo sve razumne mere da nema dogovora o rezultatima između laboratorija, ipak treba imati u vidu da u vezi sa tim odgovornost leži na profesionalnom pristupu svakog od učesnika.