



REPUBLIKA HRVATSKA  
MINISTARSTVO ZDRAVSTVA

KLASA: 541-02/24-04/17  
URBROJ:534-03-3-2/6-24-3  
Zagreb, 20. 06. 2024.

## NAPUTAK VEZAN ZA PROVJERE ANALITIČKIH METODA KOJE KORISTE INTERNI LABORATORIJI ISPORUČITELJA VODE

Sukladno članku 19. Zakona o vodi za ljudsku potrošnju (NN 30/23) isporučitelji vode koji isporučuju više od 1000 m<sup>3</sup> vode namijenjene za ljudsku potrošnju dnevno ili koji opskrbljuju više od 5000 stanovnika moraju u okviru svoga poslovanja osigurati interni laboratorij za ispitivanje vode namijenjene za ljudsku potrošnju.

Uz odabir metode vrlo važno je utvrditi sposobnost laboratorija da u svojim uvjetima primjenom odabrane metode postiže željeni cilj. Zato je potrebno da laboratorij na prikladan način provjeri izvedbu metode u svom laboratoriju i tako potvrdi da ona služi željenoj svrsi. To se postiže njezinom validacijom ili verifikacijom.

**Validacija** je postupak kojim se potvrđuje da su utvrđeni zahtjevi prikladni za namjeravanu uporabu. Svaka metoda ima svoje područje primjene unutar kojeg ona daje rezultate koji su točni, razumljivi, pouzdani i ponovljivi. Ta svojstva metoda je dobila putem validacije koja se i temelji za određivanje njezinog područja primjene. Dakle, metoda koja nije validirana ni u kom slučaju ne može biti prikladna, jer ne postoji nikakva sigurnost da se s njom unutar nekog područja mogu dobiti valjani podaci. Stoga je validacija preduvjet za primjenu metode.

Metode koje su objavile normirana tijela poput ISO, CEN/CENELEC, IEC, ASTM, već su bile predmet validacije i utvrđeno je da su prikladne za namijenjenu svrhu u području primjene metode. Prema tome, ukoliko laboratorij u svom radu koristi normirane metode iste nije potrebno ponovno validirati, ali laboratorij mora verificirati ispravno provođenje takvih metoda u uvjetima rada svakog pojedinog laboratorija.

Laboratorij mora validirati:  
nenormirane metode, metode koje je sam razvio i standardizirane metode koje se upotrebljavaju izvan predviđenog područja primjene ili su preinačene na neki drugi način. Validacija mora biti opsežna u mjeri potrebnoj da se zadovolje potrebe određene primjene.

*Preporuka je za interne laboratorije isporučitelja vode da posjeduju minimalno verifikaciju:*

1. jedne metode za fizikalna određivanja (npr. pH/mutnoća, vodljivost...),
2. jedne metode za spektrofotometrijska i/ili ionsko kromatografska određivanja ili neke druge instrumentalne metode određivanja analita i
3. jedne mikrobiološke metode



**Verifikacija** je postupak kojim se prikupljaju objektivni dokazi da se pri izvedbi metode u laboratoriju ispunjavaju utvrđeni zahtjevi.

Verifikacija se provodi:

- kada se validirana metoda po prvi put upotrebljava u laboratoriju;
- kada validirana metoda dobije novo izdanje;
- kada se iz bilo kojih razloga promjene neki uvjeti u laboratoriju koji utječu na izvedbu metode (prostor, oprema, osoblje i sl.)

Većina kivetnih testova koje laboratoriji isporučitelja vode koriste u svom radu temelji se na validiranim metodama stoga ih nije potrebno ponovno validirati već verificirati u uvjetima rada laboratorija.

Verifikacija fizikalno-kemijskih metoda bi trebala sadržavati sljedeće izvedbene karakteristike:

- linearnost (područje unutar kojeg su rezultati izravno proporcionalni koncentraciji analita u uzorku) ukoliko je primjenjivo
- mjerno područje (raspon između gornje i donje koncentracijske granice analita u uzorku koje se mogu kvantificirati uz odgovarajuću preciznost, točnost i linearnost)
- preciznost (izraz slaganja niza mjerenja istog homogenog uzorka sukladno metodi).

– *ponovljivost, (eng. repeatability)*

Napomena: u ovom trenutku nije obveza određivati *međupreciznost (eng. intermediate precision)* i *obnovljivost (eng. reproducibility)*

- točnost (*eng. trueness*) (razlika između srednje vrijednosti velikog broja ponovljenih mjerenja i stvarne vrijednosti)
- granica kvantifikacije (najmanja količina analita u uzorku koja se može kvantificirati uz odgovarajuću preciznost i točnost)
- granica detekcije (najmanja količina analita u uzorku koja se može detektirati, ali ne i kvantificirati)

U tablici 1. dan je prikaz izvedbenih karakteristika prema vrsti fizikalno-kemijskih metoda ispitivanja.

Tablica 1. Prikaz izvedbenih karakteristika prema vrsti fizikalno-kemijskih metoda ispitivanja

MJERENJA	TOČNOST	LINEARNOST	PRECIZNOST - ponovljivost	GRANICA DETEKCIJE	GRANICA KVANTIFIKACIJE
Senzorske analize - (miris/okus)	+ (uzorak međulaboratorijske usporedbe)		+ (uzorak međulaboratorijske usporedbe)		
Elektrokemijska mjerenja -pH	+		+		Umjesto granice kvantifikacije potvrditi raspon mjerenja

<b>Elektrokemijska mjerjenja</b>					
-Vodljivost	+		+		+
<b>Nefelometrija</b>					
-Mutnoća	+		+		+
<b>Titracija</b>					
-Kloridi	+		+		+
-Utrošak KMnO <sub>4</sub>					
<b>Spektrofotometrija</b>					
-Amonij	+	+	+	+	+
-Nitriti					
-Nitrati					
<b>Ionska kromatografija</b>					
-Amonij	+	+	+	+	+
-Nitriti					
-Nitrati					

**U Prilogu 1. dane su upute za verifikaciju fizikalno-kemijskih metoda popraćene predloškom u Excelu.**

Verifikacija mikrobioloških metoda bi trebala minimalno sadržavati sljedeće izvedbene karakteristike:

- Ponovljivost
- Nesigurnost brojenja

Ostale izvedbene karakteristike mikrobioloških metoda kao što su: osjetljivost, specifičnost, postotak lažno pozitivnih, postotak lažno negativnih, selektivnost i efikasnost u ovom trenutku nisu obvezni.

**U Prilogu 2. dane su upute za verifikaciju mikrobioloških metoda popraćene predloškom u Excelu.**

Izveštaj o verifikaciji metoda priprema se po završetku verifikacijskog postupka, a trebao bi sadržavati:

- naziv metode koja se verificirala
- vrstu analita/ mikrobiološkog pokazatelja, mjernu jedinicu i mjerno područje
- izvedbene karakteristike verifikacije i definirane granice prihvatljivosti
- korištene referentne materijale i realne uzorke
- rezultate verifikacije i njihovu evaluaciju u odnosu na postavljene granice prihvatljivosti (npr. granica kvantifikacije od 30% ili manje od M.D.K. vrijednosti iz relevantnog zakonskog propisa)
- zaključak (trebao bi sadržavati izjavu o prikladnosti metode za određenu namjenu)

S obzirom na sve navedeno, svakoj se metodi pristupa individualno, utvrđuju se postupci, tj. planiraju i provode eksperimenti čije rezultate treba prikupiti i prikazati kao dokaze o verifikaciji metode.

U laboratoriju je također potrebno provoditi **unutarnje i vanjske mjere kontrole kvalitete** s ciljem ispunjenja zahtjeva koji se odnose na kvalitetu rezultata ispitivanja. Podatci dobiveni kontrolom kvalitete moraju se analizirati i kad se ustanovi da su izvan unaprijed postavljenih kriterija, mora se poduzeti planirana radnja za ispravak problema i sprečavanje iskazivanja neispravnih rezultata. Uobičajeno se rezultati prikupljeni provedbom unutarnjih mjera kontrole kvalitete prikazuju u pripadajućim kontrolnim kartama međutim u ovom trenutku kontrolne karte nisu obvezne, ali se potiče isporučitelje na korištenje istih.

Kao jedna od unutrašnjih mjera kontrole kvalitete rezultata kemijskih metoda koriste se referentni uzorci poznate koncentracije (certificirani referentni materijal ili preostali uzorak nakon sudjelovanja u ispitivanju sposobnosti laboratorija ukoliko se radi o pokazateljima koji su stabilni).

Na koji način i koliko često će se provoditi unutrašnje mjere kontrole kvalitete ovisi o vrsti i namjeni metode koja se upotrebljava te o učestalosti provođenja ispitivanja, a najbolje je učestalost unutrašnjih kontrola uskladiti sa zahtjevima propisanim u normiranim i standardnim metodama.

*Važno je napomenuti da se referentni uzorci koji se koriste za verifikaciju metode ne smiju koristiti kao kontrolni uzorci za unutarnju kontrolu kvalitete; na primjer nije prihvatljivo koristiti standarde koji se koriste za izradu kalibracijske krivulje za kasniju provjeru te iste krivulje, potrebno je provjere raditi neovisnim otopinama.*

Unutarnja kontrola kvalitete mikrobioloških metoda se sastoji od procjene varijabilnosti brojenja analitičara, pozitivne i negativne kontrole certificiranim referentnim sojevima, provjere sterilnosti podloga i opreme te preciznosti kvantitativne metode preko duplih uzoraka.

Vanjske mjere kontrole kvalitete provode se **sudjelovanjem laboratorija u međulaboratorijskim usporedbama** najmanje jednom u pet godina.

U slučaju kada u okviru jedne pravne osobe djeluju dva laboratorija, predmetni isporučitelj podnosi jedan zahtjev za ovlaštenje u kojem navodi adrese na kojem se oba laboratorija nalaze i popis metoda koje se koriste na pojedinoj lokaciji. Metode u oba laboratorija moraju biti verificirane i imati izvještaj o verifikaciji. Prilikom sudjelovanja u međulaboratorijskom poredbenim ispitivanjima, u slučaju da se na obje lokacije određuju isti parametri, isporučitelj može naručiti jedan uzorak te isti distribuirati na obje lokacije. Srednju vrijednost rezultata s obje lokacije može poslati kao nominirani rezultat za isporučitelja, ali je također korisno poslati i pojedinačne rezultate djelatnika koji su analizirali predmetne uzorke na obje lokacije. Ukoliko ne postoji mogućnost slanja više rezultata isporučitelj je u obvezi nakon dobivanja izvještaja odnosno rezultata sudjelovanja u međulaboratorijskim poredbenim ispitivanjima analizirati pojedinačne rezultate djelatnika koji su sudjelovali kako bi dobio uvid u analitičke kompetencije (osposobljenost) djelatnika.

U ovom trenutku procjena mjerne nesigurnosti nije uvjet za ovlaštenje internih laboratorija isporučitelja, ali se interni laboratoriji potiču na kontinuirano usavršavanje svog rada.

STRUČNO POVJERENSTVO ZA VODU NAMIJENJENU ZA LJUDSKU  
POTROŠNJU

I

STRUČNO POVJERENSTVO ZA UTVRĐIVANJE UVJETA ZA SLUŽBENE  
LABORATORIJE ZA VODU NAMIJENJENU ZA LJUDSKU POTROŠNJU

**Privitak:**

**Prilog 1. Verifikacija fizikalno kemijskih metoda s izvedbenim karakteristikama**

**Prilog 1a. Predložak za verifikaciju fizikalno-kemijskih metoda**

**Prilog 2. Verifikacija mikrobioloških metoda s izvedbenim karakteristikama**

**Prilog 2a. Predložak za verifikaciju mikrobiološke metode**

