



Twinning Project - SR 2005/IB/EN/01 Capacity Building of the Directorate for Water

between the Ministry of Agriculture, Forestry and Water Management of Serbia and the
German Ministry for Environment, Nature Conservation and Nuclear Safety

Komponenta 2: Podrška unapređenju sistema monitoringa voda

Potkomponenta 2.1. Unapređenje sistema monitoringa i laboratorijskog kapaciteta

Aktivnost 2.1.6 “Plan tehničke implementacije za unapređenje opreme i kapaciteta laboratorija ”

Aktivnost 2.1.7 “Obuka osoblja u laboratorijama, obrada/rukovanje uzorcima i analitičke tehnike”

Autori

Mr. STE Peter Seel, STE Thomas Ternes,
STE Mr. Jürgen Bergholz, Z. Stojanovic, ??,
RTA Christian Ebel

podneto jula 2008. od

Aleksandar Prodanovic
(Serbian Project Leader)

Christian Ebel
(RTA 2)



Twinning Project “Capacity Building of the Directorate for Water”
An EU funded project managed by the European Agency for Reconstruction

Aktivnost projekta 2.1.6

“Plan tehničke implementacije za unapređenje opreme i kapaciteta laboratorija”

I. Metod

Radovi u okviru ove aktivnosti usmereni su na laboratorije Republičkog hidrometeorološkog zavoda Srbije (RHMZS), jer je po zakonu ta institucija nadležna za površinske i podzemne vode u Srbiji. Iako je težište na RHMZ, u svrhu ovog projekta eksperti su posetili takođe i laboratorije Instituta za javno zdravlje Beograda, Instituta za javno zdravlje Srbije “Dr. Milan Jovanović Batut” i Odeljenje za kontrolu voda beogradskog vodovoda.

Laboratorija RHMZ-a čini pododeljenje “Odeljenja za zaštitu životne sredine.”

Laboratorija je podeljena u dva dela:

- Instrumentalna laboratorija
- Laboratorija za pripremu uzoraka (“mokra” laboratorija).

Prvi cilj je bio da se stekne uvid o osposobljenosti da se udovolji nekim od zahteva Okvirne direktive o vodama s obzirom na hemijske parametre (npr. Lista prioriteta aneksa X). Sa srpskim partnerima razgovarano je detaljno o sledećim temama:

- radni kapacitet laboratorija
- kvalitet i kvantitet opreme
- uslovi u zgradi
- infrastruktura u kojoj je laboratorija integrisana.

II. Trenutni koncept zadataka laboratorije:

Srpska vlada od laboratorija RHMZ zahteva sistematski monitoring kvaliteta površinskih i podzemnih voda u prvoj izdani, sa određenom dinamikom i na određenim profilima. Obaveza RHMZ-a je takođe i uzorkovanje i analiza kvaliteta vode prilikom havarijskih zagađenja, i davanje mišljenja Ministarstvu poljoprivrede.

Laboratorija mora biti uključena u planiranje svih aktivnosti vezanih za monitoring, s obzirom na to da oni zahtevaju laboratorijski kapacitet.

Može se ubuduće uzeti u obzir ideja, da RHMZ preuzme savetničku ulogu prema Vladi Srbije za hitna pitanja od značaja za akvatičnu životnu sredinu, kao i za reke i podzemnu vodu. Trenutno laboratorija analizira hiljade uzoraka vode na neorganske i organske standardne parametre. Analiza ovih uzoraka uključuje 100 % kapaciteta u pogledu osoblja. Zato im ne preostaje mnogo vremena za inovacije, uspostavljanje/razvijanje novih analitičkih metoda niti adekvatno savetovanje Vlade po pitanju nadolazećih problema u životnoj sredini.

III. Osoblje u laboratoriji

Trenutna situacija

Ukupno 18 osoba radi u hemijskoj laboratoriji, uključujući načelnika laboratorije: 2 hemičara za analizu metala, 1 inženjer tehnologije i 1 hemijski inženjer za osnovne parametre, 2 hemičara za organske analize, 1 šef (fizički hemičar) za instrumentalnu laboratoriju, 2 biologa, 8 tehničara, 1 načelnik laboratorije. Upraznjeno je jedno radno mesto za šefa „mokre” laboratorije i jedno za tehničara. Laboratorija je akreditovana za analizu određenih parametara prema standardu ISO 17025.

Obučenost osoblja

Osoblje je pokazalo izuzetno dobro obrazovanje i sposobnost za obavljanje osnovnih zadataka, što podrazumeva ispitivanje velikog broja uzoraka vode na sumarne parametre, metale, nutrijente i rutinske organske parametre. Nedostaci su pak vidljivi u rukovanju novim instrumentima s obzirom da nije bilo dovoljno obuke u pogledu analize parametara prema DV. S obzirom na istoriju institucije, obučenost je veća u pogledu analize neorganskih nego organskih parametara. Zbog toga je potrebno imati još više kurseva obuke no što je sprovedeno u sklopu aktivnosti 2.1.7, za osoblje koje se bavi analizom organskih parametara.

Potrebno osoblje u budućnosti

Postojeći kapaciteti u pogledu osoblja nisu dovoljni da bi se ispunili nadolazeći zahtevi vezani za monitoring ubuduće i potrebno ga je unaprediti s obzirom na broj.

Da bi se ispunili zadaci monitoringa elemenata biološkog kvaliteta (BQE), u RHMZ je potrebna dodatna oprema i, što je još važnije, osoblje sa akademskim obrazovanjem. Jedino tako se može garantovati uspešnost harmonizacije programa za monitoring prema DV kako je to predviđeno u Srbiji (videti strategiju u okviru aktivnosti 2.1.2 i program za monitoring za slivno područje Kolubare, sačinjen unutar aktivnosti projekta 1.2.3). Potrebna su još najmanje četiri specijalizovana biologa ubuduće, (za elemente ribe, makroinvertebrate, makrofite i fitoplankton) da bi se udovoljilo budućim potrebama za monitoringom.

Odeljenje za kvalitet voda RHMZ i laboratorija će se suočiti sa razvojem adekvatnih metoda ispitivanja odgovarajućih BQE.

IV. Uzorkovanje i skladištenje uzoraka vode

Većinu uzoraka obezbeđuje Odeljenje za hidrologiju iste institucije u kojoj se nalazi i laboratorija. Laboratorija nema uticaja na datum uzorkovanja i predaje uzoraka. Očigledno je da ne postoji procedura za pravilan način transporta uzoraka. Zbog toga uzorci nemaju jasnu istoriju, niti podatke o tome kada su stigli u laboratoriju.

Skladištenje uzoraka ne sprovodi se na tehnički uobičajen način. Pre svega nema mogućnosti za hlađenje i zamračivanje centralnih prostorija za skladištenje uzoraka. To se prvo mora izmeniti, a draft priručnika koji je razvijen u okviru aktivnosti 2.1.5 pruža uputstva za taj deo.

Postupak uzorkovanja se ni u kom slučaju ne može razdvojiti od laboratorija, analiza i uzorkovanje se mora organizovati sa jednog mesta da bi se garantovala efikasnost i sigurnost postupka. Uzorkovanje i analiza moraju biti kontrolisani sa istog mesta. Ukoliko ovo nije moguće, rukovanje uzorcima jasno mora biti opisano, a njihova organizacija i planiranje usaglašeni. U svakom slučaju skladištenje uzoraka vode se mora poboljšati i to za sledeće parametre: sve organske zagađivače, nutrijente i sumarne parametre. Na primer, mogućnost podešavanja temperature u skladištu na 5°C i njegovo zamračivanje (za organske parametre kao i za nutrijente i sumarne parametre) je od ključnog značaja.

Ukoliko se ovo ne sprovede, vreme i trud koji se ulaže u analizu takvih uzoraka su sa naučne tačke gledišta per se prilično sporni.

Uključivanje adekvatnog broja osoblja za organizaciju uzorkovanja je uslov "sine qua non" da bi se obezbedili dobri i pouzdani rezultati.

Broj osoblja mora da bude izveden na osnovu truda koji je potreban za uzorkovanje. "Strategija za redizajn programa za monitoring podzemnih i površinskih voda u Srbiji" (za više informacija videti izveštaj aktivnosti 2.1.2 ovog projekta). Kako je nova strategija korišćena za planiranje budućeg monitoringa na slivnom području Kolubare za površinske i podzemne vode, iskustva stečena tu mogu biti primenjena i u svrhu procene broja osoblja i potrebnih sredstava za budućnost. Pilot-iskustvo će takođe omogućiti sticanje uvida u to "šta" i "koliko" treba meriti u budućnosti, kao i procenu truda.

V. Laboratorijska oprema

Instrumentalna oprema, nedavno obezbeđena od strane EU:

- GC/MSD sa EI, sistemom "pročistiti-uloviti"(purge/trap), twister
- GC/ECD & NPD
- nekoliko fotometara
- FTIR spektrometri
- Uređaj za "sušenje-smrzavanje"
- Milli Q uređaji
- LC/MS
- ICP/MS
- AAS sa grafitnom kivetom, AAS – hidridni sistem
- 2 mikrotalasne pećnice

Osoblje laboratorije trenutno nije u mogućnosti da koristi sve ove nove instrumente, u smislu njihovog punog potencijala i odgovarajućeg načina upotrebe, te su stoga u okviru aktivnosti 2.1.7 sprovedeni neki seminari obuke zajedno sa srpskim partnerima, o kojima će kasnije biti reči.

Va. Prilagođenost instrumentalne opreme za hemijske parametre

Metali, sumarni parametri

Instrumenti su veoma savremeni i ispunjavaju sve zahteve u pogledu merenja parametara sa liste DV.

Anjoni

Metodi fotometrije se koriste za anjone, kao što su PO₄³⁻, Cl⁻, NO₃⁻. Veliki broj filtriranih uzoraka vode bi omogućio analizu pomoću jonske hromatografije na efikasniji način.

Organski parametri

Lipofilna jedinjenja kao što su PCB, organohlorna jedinjenja, mogu se analizirati u vodenoj fazi pomoću GC/MS ili GC/ECD a PAH pomoću GC/MS ili LC/MS. Polarni pesticidi ako što su trijazini i fenil-urea herbicidi mogu se analizirati pomoću LC/MS/MS ili nakon derivacije pomoću GC/MS.

Veliki nedostatak vidljiv je takođe i u analizi polarnih jedinjenja koja mogu biti ključna za revidiranu listu prioriteta aneksa X i specifičnih zagađivača (npr. farmaceutskih proizvoda)

koji su trenutno u listi za ekološki status na slivnim područjima. Zbog neodgovarajuće osetljivosti, LC single MS koji je donacija EU, ne omogućuje merenje polarnih jedinjenja u niskim koncentracijama. **Zato se preporučuje proširenje opreme za organske analize uvođenjem LC tandem MS. Ovo bi pomoglo merenju novih polarnih jedinjenja koja se javljaju i skratilo bi vreme pripreme uzoraka.** Postojeći LC single MS se može koristiti samo za analizu u slučajevima akcidenata, kada su koncentracije više.

V.b Prilagođenost instrumentalne opreme za za biološke parametre

Da bi se ispunili zadaci monitoringa elemenata biološkog kvaliteta od strane RHMZ, potrebno je imati svu neophodnu opremu i još važnije – osoblje sa akademskim nivoom obrazovanja. Jedino tako može se garantovati uspešnost harmonizacije programa za monitoring prema DV kako je to predviđeno u Srbiji (videti strategiju u okviru aktivnosti 2.1.2 i program za monitoring za slivno područje Kolubare, sačinjen unutar aktivnosti projekta 1.2.3). Potrebna su još najmanje četiri specijalizovana biologa ubuduće, (za elemente ribe, makroinvertebrate, makrofite i fitoplankton) da bi se udovoljilo budućim potrebama za monitoringom.

VI) Infrastruktura laboratorije

Prostorije i infrastruktura

Uslovi u prostorijama i infrastruktura se moraju poboljšati u nekim slučajevima. Kapacitet zvona za isparenja u prostoriji sa opremom za mikrotalasnu digestiju nije dovoljan i mora se povećati. Uopšte, veličina i uslovi u prostorijama su primereni datim zadacima.

Akreditacija prema standardu ISO EN 17025

Laboratorija je akreditovana prema standardu ISO EN 17025 od strane akreditacionog tela Srbije (ATS). Kontrola se vrši svake godine od strane iste institucije. Ponovna akreditacija radi se posle 5 godina.

Osiguranje analitičkog kvaliteta

Laboratorija sama kontroliše svoje rezultate analiza, eksterno uz učešće u aktivnostima interkalibracije i interno, putem testiranja međunarodno certifikovanih standarda na set reprezentativnih parametara. Kao korak dalje u jačanju osiguranja analitičkog kvaliteta (AQS), preporučuje se primena kontrolnih listi.

Informacioni sistem i sistem upravljanja u laboratoriji (Laboratory information and management system (LIMS))

Podaci proizvedeni od strane različitih analitičkih uređaja sakupljaju se i šalju bez sistema LIMS. Uzimajući u obzir veliki broj uzoraka koji se moraju analizirati u laboratoriji, snažno preporučujemo upotrebu LIMS-a. Ovo bi omogućilo bolji uvid u rezultate i njihove kombinacije, i doprinelo izbegavanju nastanka grešaka što je česta pojava prilikom ručnog prenošenja podataka (ovaj problem je razmotren detaljno u sklopu aktivnosti 2.2.3 projekta).

VII. Dalji opšti uslovi

Pošto se analiza standardnih parametara može dodeliti eksternim laboratorijama putem ugovora, preporučujemo značajno umanje uzoraka namenjenih za analizu standardnih parametara, i fokusiranje rada na novonastale i buduće probleme. Kvalitet rada eksternih laboratorija može se potvrditi paralelnim analizama 10% uzoraka koje će raditi laboratorija RHMZ-a. Ovakvim oslobađanjem kapaciteta, laboratorija RHMZ će biti u stanju da razvija metode za nove zagađivače kao što su novi pesticidi, farmaceutiski proizvodi, hormoni, perfluorna jedinjenja, biocidi itd. Ovo će laboratoriji omogućiti da ima savetodavnu ulogu u odnosu na Vladu po ovim pitanjima. Takođe je preporučljivo uključivanje diplomaca i doktoranata u razvoj novih metoda i pri korišćenju novih instrumenata.

Preporučene izmene u konceptu laboratorija omogućiće laboratoriji da učestvuje kao partner u evropskim projektima. Putem istraživačkih projekata EU, laboratorija RHMZ može prikupiti više novca za hemikalije i privremeno zapošljavanje osoblja. S obzirom na to, preporučujemo jačanje saradnje sa međunarodnim laboratorijama i učešće naučnika iz laboratorija RHMZ na međunarodnim sastancima najmanje jednom godišnje.

Aktivnost projekta 2.1.7

“Obuka osoblja u laboratorijama, obrada/rukovanje uzorcima i analitičke tehnike”

1. Metod

U okviru aktivnosti projekta 2.1.7, sprovedena su, u zajedničkoj organizaciji sa srpskim partnerima, 4 seminaru vezana za laboratorije Republičkog hidrometeorološkog zavoda Srbije (RHMZS) iz oblasti tehnika instrumentalne analitike tragova.

Seminari su za cilj imali unapređenje stepena obučenosti osoblja za instrumentalnu analizu tragova, te rukovanje modernim laboratorijskim uređajima koji su donirani od strane EU. Tako je odlučeno sa ciljem da se moćna i moderna oprema iskoristi na najbolji mogući način. Seminare su vodili nemački eksperti u sledećim oblastima:

2 seminaru na temu primene tačne hromatografije i masne spektrometrije za analizu polarnih supstanci u vodi (LC/MS)

(Datum: 22.10.-26.10.2007. i od 21.07.-25.07.2008.)

Prisustvo polarnih supstanci u vodi postaje vodeći problem u životnoj sredini. To se takođe ogleda i u aneksu 10 „Lista prioriternih supstanci “ Okvirne direktive o vodama. Analiza takvih jedinjenja zahteva razvoj adekvatnih metoda za otkrivanje ovih supstanci. Iz tog razloga ovaj problem je razmotren u datim seminarima.

Oba seminaru vodio je gostujući ekspert g. Dirk Loeffler, koji je specijalista za ovu vrstu analiza i radi u Saveznom Institutu za hidrologiju u Koblencu. Centralna tačka seminaru bila je kalibracija sa polarnim standardnim supstancama, kao i neophodni pripremni koraci za rukovanje opremom. Drugi seminar je za temu imao napredne aspekte analize polarnih supstanci u vodi i pripremu uzoraka u laboratoriji. Standardni izotopi (neradioaktivni) od suštinske su važnosti za pravilnu kalibraciju i procenu verovatnoće realizacije, i veoma ih je teško nabaviti, s obzirom na to da carinske procedure veoma dugo traju i predstavljaju barijeru. U cilju povećanja efikasnosti laboratorijskih procesa, taj problem će se morati rešiti u budućnosti. U drugom slučaju, sav uloženi trud, odn. rezultati koji se proizvode biće dovedeni u pitanje.

Evaluacija

Na kraju seminara proverili smo da li se u analiziranim standardima mogu naći tragovi sa adekvatnom preciznošću, što bi značilo da je metod koji smo razvili u laboratoriji uspešno primenjen, ali će mu ipak trebati dalji razvoj kroz rutinski rad i vežbu. Postojeća LC/MS oprema nije pogodna niti efikasna za analizu visoko kompleksnih matriksa koji se nalaze u površinskim vodama, gde se može naći mnogo ometajućih jedinjenja. Nabavkom uređaja Tandem LC-MS taj problem bio bi rešen. Inače će analitički potencijal laboratorije ostati tehnički ograničen.

1 Seminar na temu identifikacije naftnih mrlja pomoću gasne hromatografije i masne spektrometrije (GC/MS) (Datum 23.06. - 27.06.2008.)

Zagađenja prolivanjem nafte kao rezultat havarije ili ilegalnih ispuštanja predstavljaju značajan problem u Srbiji, tim pre ako se događaju na Dunavu i tako dobijaju prekogranične razmere. Često je teško ili nemoguće ući u trag poreklu relevantnog zagađivača.

Gostujući ekspert g. Gerhard Dahlmann održao je seminar u trajanju od 5 dana sa osobljem laboratorije RHMZS i srpske kolege uputio u analitičke tehnike. Metod obezbeđuje alate za identifikaciju i upoređivanje naftnih mrlja putem „metode otiska prsta“ gasnih hromatograma, koji se mogu upoređivati sa rezultatima raspoloživim u bazi podataka, u kojoj se nalaze referentni materijali sa objekata za zahvatanje nafte širom sveta, ili sa sumnjivim izvorima zagađenja. Tokom ovog seminara, uspostavljen je standardni laboratorijski metod za laboratoriju RHMZS.

Evaluacija

Na kraju seminara je potvrđeno da se u analiziranim standardima mogu naći tragovi sa odgovarajućom preciznošću, što znači da je razvijeni laboratorijski metod uspešno primenjen, no ipak će mu trebati kasnija nadogradnja kroz rutinski rad i praksu. Metodi su razvijeni u cilju potencijalne razmene rezultata GC/MS između institucija ubuduće, te da se o njima diskutuje u krugu kompetentnih stručnjaka bez međusobnog slanja uzoraka vode.

1 Seminar na temu analiza više elemenata pomoću indukovane plazme (ICP- induced couple plasma) i masne spektrometrije (ICP/MS) (Datum 28.07-01.08.2008)

Novi uređaj ICP-MS omogućuje simultanu analizu teških metala i elemenata unutar jednog analitičkog ciklusa. Upravljanje uređajem je kompleksno i zahteva duboko poznavanje njegovog softvera. Nemački ekspert gđa Raue uvela je srpske kolege u rukovanje ovim uređajem, i to metodom “učenja na uređaju”, kako su radili i svi ostali nemački eksperti na

drugim seminarima. Gđa Raue instalirala je dodatni softver koji omogućuje obradu podataka kao Excel fajlova, što nije bilo učinjeno od strane proizvođača ovog uređaja. Seminar je obuhvatio kalibraciju uređaja, analizu i verifikaciju referentnih vrednosti, proveru adekvatnosti ambijenta (prostorije) u kome je uređaj smešten (i koji nije zadovoljavajuć), kao i merenje certifikovanih standarda radi ocene plauzibiliteta izmerenih vrednosti posle obuke. Ovaj pristup je takođe primenjen i na ostalim seminarima ovog ciklusa u RHMZS.

Evaluacija

Na kraju seminara je potvrđeno da se u analiziranim standardnima mogu naći tragovi sa odgovarajućom preciznošću što znači da je razvijeni laboratorijski metod uspešno primenjen, no ipak će mu trebati kasnija nadogradnja kroz rutinski rad i praksu. Što se tiče prostorije u kojoj je uređaj smešten, očigledno je da ona nije primerena, jer su rezultati koji su proizvedeni na osnovu referentnih vrednosti pokazali da je prostorija zagađena teškim metalima, čije prisustvo ometa analizu na ultra-trace nivou. Modifikacija prostorije je hitno potrebna.

2. Opšti zaključci/preporuke na osnovu delatnosti sprovedenih u sklopu aktivnosti 2.1.6 i 2.1.7 po okončanju seminara

- **Bez uspostavljanja adekvatnog sistema uzorkovanja vode (koje mora biti u odgovornosti laboratorije) koji će garantovati kvalitet uzorka kao i bez dobrog logističkog lanca, analitiku radije treba prekinuti kako bi se uštedelo na vremenu i trudu.** Kako bi se ovi nedostaci otklonili, u sklopu Twinning projekta sastavljen je priručnik koji daje preporuke o neophodnoj organizaciji s obzirom na logistiku uzorkovanja (videti priručnik za rad na terenu - aktivnost 2.1.5).
- **Važno je naglasiti da laboratorija nema dovoljno osoblja i potrebno je zaposliti još osoba u laboratoriji, posebno u pogledu uzorkovanja.**
- Sve dok se ne reše problemi vezani za uzorkovanje, u međuvremenu treba iskoristiti vreme i kapacitete osoblja za sticanje iskustva u rukovanju instrumentalnom analitičkom opremom.
- Da bi se ispunili zadaci monitoringa elemenata biološkog kvaliteta od strane RHMZ, potrebna je dodatna oprema i – što je još važnije – akademski obrazovan kadar.

- Tokom seminara obuke postalo je jasno da postoje teškoće takođe u pogledu poručivanja i nabavke hemikalija i elementarnog potrošnog materijala u laboratoriji RHMZ. Prema srpskim partnerima, raspoloživa sredstva namenjena održavanju opreme nisu odgovarajuća.
- Standard izotopi (neradioaktivni), koji su suštinski neophodni za pravilnu kalibraciju i procenu verovatnoće realizacije, nisu dostupni i gotovo ih je nemoguće nabaviti – s obzirom na gore navedene probleme! Za efikasan laboratorijski proces, ovaj problem će morati biti rešen u budućnosti. U drugom slučaju, sav uloženi trud, odn. rezultati koji se proizvode biće dovedeni u pitanje.
- Neometano i razvijeno snabdevanje standardnim laboratorijskim materijalom ne postoji. Ovo predstavlja značajnu prepreku za analizu efikasnosti troškova i dobiti. Materijal koji je relativno jeftin, ovde je samo delimično dostupan ili nije dostupan uopšte.
- Tenderski proces za kupovinu hemikalija i drugog materijala mora se izmeniti i drugačije usmeriti.
- Bez upotrebe internih standarda (jer ih je teško nabaviti), analize i rezultati istih su sporni i stoga se ne mogu validirati.
- Osoblje koje se bavi analitikom je preopterećeno analizama (koje daju sporne rezultate, jer je uzorkovanje i logistički lanac sa tim u vezi takođe pun neregularnosti te predstavlja problem u validnosti rezultata).
- Mora se naći vremena da veoma kvalifikovano i motivisano osoblje RHMZS bude u mogućnosti da pravovremeno razvije neophodne metode.