

2017

Směrnice pro validaci fyzikálně-chemických analytických metod

ČSN P
CEN/TS 16800

75 7011

Guideline for the validation of physico-chemical analytical methods

Lignes directrices pour la validation des méthodes d'analyse physico-chimiques

Anleitung zur Validierung physikalisch-chemischer Analysenverfahren

Tato předběžná norma je českou verzí technické specifikace CEN/TS 16800:2015. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This prestandard is the Czech version of the Technical Specification CEN/TS 16800:2015. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN P CEN/TS 16800 (75 7011) z července 2016.

Národní předmluva

Upozornění na používání této normy

Tato předběžná česká technická norma přejímá technickou specifikaci CEN/TS 16800:2015 vydanou v souladu s vnitřními předpisy CEN/CENELEC, část 2 a je určena k ověření. Případné připomínky k obsahu normy přijímá Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, odbor technické normalizace.

Převzetí TS do národních norem členů CEN/CENELEC není povinné a tato TS nemusí být na národní úrovni převzata jako normativní dokument.

Převzetí TS nevyžaduje zrušení konfliktních národních norem platných pro stejný předmět normalizace. Je přípustné ponechat konfliktní národní normy v platnosti, dokud se nedosáhne konečného rozhodnutí o možnosti převedení této CEN/TS na EN.

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí CEN/TS 16800:2015 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN P CEN/TS 16800 (75 7011) z července 2016 převzala CEN/TS 16800:2015 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 78-2 nezavedena

ISO 5725 (soubor) zavedena v ČSN ISO 5725 (soubor) (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření

ISO 11352:2012 nezavedena

ISO 21748:2010 zavedena v ČSN ISO 21748:2012 (01 0290) Návod pro použití odhadů opakovatelnosti, reprodukovatelnosti a pravdivosti při odhadování nejistoty měření

ISO/IEC Guide 99:2007 zaveden v TNI 01 0115 Mezinárodní metrologický slovník - Základní a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)

Souvisící ČSN

ČSN ISO 690 (01 0197) Informace a dokumentace - Pravidla pro bibliografické odkazy a citace informačních zdrojů

ČSN ISO 3534-1 (01 0216) Statistika - Slovník a značky - Část 1: Obecné statistické termíny a termíny používané v pravděpodobnosti

ČSN ISO 3534-2 (01 0216) Statistika - Slovník a značky - Část 2: Aplikovaná statistika

ČSN ISO 5725-1 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 1: Obecné zásady a definice

ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-3 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 3: Mezilehlé míry shodnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-4 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 4: Základní metody pro stanovení správnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-5 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 5: Alternativní metody pro stanovení shodnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 8466-1 (75 7031) Jakost vod - Kalibrace a hodnocení analytických metod a určení jejich charakteristik - Část 1: Statistické hodnocení lineární kalibrační funkce

ČSN ISO 8466-2 (75 7031) Jakost vod - Kalibrace a hodnocení analytických metod a odhad jejich charakteristik - Část 2: Kalibrační strategie v případě kalibračních funkcí druhého stupně

ČSN ISO 11843 (01 0240) Detekční schopnost

ČSN P ISO/TS 13530 (75 7010) Jakost vod - Návod na řízení kvality chemického a fyzikálně-

chemického rozboru vod

ČSN EN ISO/IEC 17025 (01 5253) Posuzování shody - Všeobecné požadavky na způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří

ČSN EN ISO/IEC 17043 (01 5264) Posuzování shody - Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti

ČSN EN ISO 9000 (01 0300) Systémy managementu kvality - Základní principy a slovník

TNI POKYN ISO 30 (015243) Referenční materiály - Vybrané termíny a definice

TNI 01 4109-3 (014109) Nejistoty měření - Část 3: Pokyn pro vyjádření nejistoty měření (GUM:1995) (Pokyn ISO/IEC 98-3)

Upozornění na národní poznámky

Do normy byly k článkům 3.14, 6.4.3 a 7.4.3.2 doplněny informativní národní poznámky.

Vypracování normy

Zpracovatel: Sweco Hydroprojekt a. s., IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová

Technická normalizační komise: TNK 104 Kvalita vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Andrea Peková

TECHNICKÁ SPECIFIKACE
TECHNICAL SPECIFICATION
SPÉCIFICATION TECHNIQUE
TECHNISCHE SPEZIFIKATION

CEN/TS 16800

Prosinec 2015

ICS 13.060.50

Směrnice pro validaci fyzikálně-chemických analytických metod

Guideline for the validation of physico-chemical analytical methods

Lignes directrices pour la validation des méthodes d'analyse physico-chimiques

Anleitung zur Validierung physikalisch-chemischer Analysenverfahren

Tato technická specifikace (CEN/TS) byla schválena CEN dne 2015-03-14 pro dočasné používání.

Doba platnosti této CEN/TS je zatím omezena na tři roky. Po dvou letech budou členové CEN požádáni o připomínky týkající se zejména toho, zda může být CEN/TS převedena na evropskou normu.

Je třeba, aby členové CEN oznámili existenci této CEN/TS stejným způsobem, jako je tomu u EN, a vhodnou formou ji zpřístupnili na národní úrovni. Je přípustné ponechat konfliktní národní normy v platnosti (souběžně s CEN/TS), dokud se nedosáhne konečného rozhodnutí o možnosti převedení této CEN/TS na EN.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.



Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2015 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky

Ref. č. CEN/TS 16800:2015 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	8
Úvod.....	9
1..... Předmět normy.....	10
2..... Citované dokumenty.....	10
3..... Termíny a definice.....	10
4..... Koncept.....	15
4.1..... Koncept dvou validačních úrovní.....	15
4.2..... První úroveň - Validace 1 (V1).....	15
4.3..... Druhá úroveň - Validace 2 (V2).....	16
4.4..... Metoda validace s použitím modulárního přístupu.....	16
4.4.1... Validační moduly.....	16
4.4.2... Modul A: Definice metody zkoušení, dokumentace a obecné požadavky.....	16
4.4.3... Modul B: Oblast použití a předběžná validace.....	16
4.4.4... Modul C: Vnitrolaboratorní výkonnost.....	16

4.4.5... Modul D: Mezilaboratorní výkonnost.....	16
4.5..... Klasifikace metody.....	17
5..... Dokumentace validačního procesu.....	18
6..... Validace 1 (V1): Vnitrolaboratorní validace.....	19
6.1..... Obecně.....	19
6.2..... Modul A: Definice zkušební metody, dokumentace a obecné požadavky.....	19
6.3..... Modul B: Oblast použití a předběžná validace.....	19
6.4..... Modul C: Vnitrolaboratorní výkonnost.....	19
6.4.1... Obecně.....	19
6.4.2... Vychýlení.....	20
6.4.3... Preciznost.....	20
6.4.4... Kalibrační údaje a funkce.....	22
6.4.5... Meze a rozsah použití.....	22
6.4.6... Selektivita.....	23
6.4.7... Robustnost.....	23

6.4.8... Nejistota měření.....	24
7..... Validace 2 (V2): Mezilaboratorní validace.....	24
7.1..... Obecně.....	24
7.2..... Definice a popis metody.....	24
7.3..... Modul C: Vnitrolaboratorní výkonnost.....	24
7.4..... Modul D: Mezilaboratorní výkonnost.....	24
7.4.1... Obecně.....	24
7.4.2... Obecné uspořádání mezilaboratorní studie.....	25
7.4.3... Mezilaboratorní studie.....	26
7.4.4... Statistická analýza a výpočet výsledků.....	27
7.4.5... Hodnocení vhodnosti pro daný účel.....	28
7.5..... Dokumentace, publikace a standardizace.....	29

Příloha A (normativní) Modul A: Definice zkušební metody, dokumentace a obecné požadavky.....	30
Příloha B (normativní) Modul B: Oblast použití a předběžná validace.....	32
Příloha C (normativní) Modul C: Vnitrolaboratorní výkonnost.....	33
Příloha D (normativní) Modul D: Požadavky na mezilaboratorní validační studii.....	34
Příloha E (informativní) Struktura a obsah dokumentace pro validační studii (V2).....	36
Příloha F (informativní) Zkoušení robustnosti systematickou změnou ovlivňujících faktorů.....	40
Bibliografie.....	42

Evropská předmluva

Tento dokument (CEN/TS 16800:2015) vypracovala technická komise CEN/TC 230 *Rozbor vod*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto technickou specifikaci povinny oznámit národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Úvod

Environmentální monitoring chemických látek se provádí v rámci Evropy stále častěji a existují obavy týkající se porovnatelnosti údajů na evropské úrovni. Zejména metody používané pro monitoring látek sledovaných v poslední době, často nebyly řádně validovány ani interně (tj. v jednotlivé laboratoři), ani na mezinárodní úrovni.

Tyto problémy je možné řešit přijetím harmonizovaného přístupu pro vývoj a validaci metody. Hlavním cílem tohoto dokumentu je poskytnout společný evropský přístup k validaci chemických metod pro příslušný monitoring chemických látek v celé řadě matic. Ačkoli vývoj tohoto přístupu byl vyvolán potřebami pro monitoring nových znečišťujících látek, má obecnou povahu a může být používán pro měření celé řady látek v různých maticích.

Tento návod zohledňuje různé požadavky na úroveň vývoje metody a validaci na různých stupních výzkumu nebo regulace chemických látek.

V případě určitého úkolu monitoringu provede tento protokol uživatele dále uvedenými kroky:

- klasifikací existujících metod s ohledem na jejich stav validace a výběrem vhodného validačního přístupu;
- vývojem metody, aby bylo rozšířeno její použití; například pokud je dostupná metoda pro stanovení požadované cílové látky v určité matici, ale není vhodná pro stejnou látku v jiné sledované matici;
- validačními postupy, které mají být provedeny, aby byl účinně prokázán stav validace vybrané metody podle dvou přijatých přístupů.

Mnoho (národních a mezinárodních) norem v současné době v předmětu normy obsahuje sdělení jako „tato metoda je použitelná od koncentrační úrovně $xx \mu\text{g/l}$ nebo $yy \text{mg/kg}$ sušiny“, bez uvedení, jak byla tato koncentrační úroveň zjištěna. Pokud je hodnocena mez stanovitelnosti (LOQ) postupem uvedeným v této technické specifikaci, je možné, že nesplní dolní mez uvedeného rozsahu.

1 Předmět normy

Tato technická specifikace popisuje přístup pro validaci fyzikálně-chemických analytických metod, které se používají pro environmentální matrice.

Návod obsažený v tomto dokumentu zahrnuje dva odlišné přístupy k validaci, v pořadí zvyšující se komplexnosti. Jsou to:

- a) vývoj metody a její validace na úrovni jednotlivých laboratoří (vnitrolaboratorní validace);
- b) validace metody na úrovni několika laboratoří (mezilaboratorní validace), která se soustředí na metody, které jsou dostatečně vyvinuté a robustní, aby je mohlo používat nejen několik expertních laboratoří, ale také běžné laboratoře pro rutinní analýzy.

Koncept obou přístupů je přísně hierarchický, tj. metoda musí splnit všechna kritéria první úrovně, než může být zahájena validace druhé úrovně.

Tato technická specifikace je použitelná pro validaci celé řady kvantitativních fyzikálně-chemických analytických metod pro analýzu vody (včetně povrchové, podzemní a odpadní vody a sedimentů). Stejným způsobem mohou být validovány analytické metody pro další environmentální matrice, například pro půdy, kaly, odpad a biotu. Tato technická specifikace je určena buď pro analytické metody zaměřené na nově sledované látky, nebo pro zkušební metody, které používají nově vyvinuté technologie.

Minimální požadavky, které jsou nezbytné pro charakterizaci vhodnosti analytické metody pro daný účel, jsou: selektivita, preciznost, vychýlení a nejistota měření. Cílem validace je prokázat, že tyto požadavky jsou splněny.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.