

2021

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 16800:2020. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This prestandard is the Czech version of the Technical Specification CEN/TS 16800:2020. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN P CEN/TS 16800 (75 7011) ze září 2017.

Národní předmluva

Upozornění na používání této normy

Tato předběžná česká technická norma přejímá technickou specifikaci CEN/TS 16800:2020 vydanou v souladu s vnitřními předpisy CEN/CENELEC, část 2 a je určena k ověření. Případné připomínky k obsahu normy přijímá Česká agentura pro standardizaci.

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

Hlavní změny proti předchozímu vydání jsou uvedeny v předmluvě této technické specifikace.

Informace o citovaných dokumentech

ISO/IEC Guide 99:2007 zaveden v TNI 01 0115 Mezinárodní metrologický slovník - Základní

a všeobecné pojmy a přidružené termíny (VIM)

Souvisící ČSN a TNI

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

ČSN ISO 3534-2:2010 (01 0216) Statistika – Slovník a značky – Část 2: Aplikovaná statistika

ČSN ISO 11843 (soubor) (01 0240) Detekční schopnost

ČSN ISO 13528:2017 (01 0248) Statistické metody používané při zkoušení způsobilosti mezilaboratorním porovnáním

ČSN ISO 5725-3 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 3: Mezilehlé míry preciznosti normalizované metody měření

ČSN ISO 5725-5:2018 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 5: Alternativní metody pro stanovení preciznosti normalizované metody měření

ČSN EN ISO 9000:2016 (01 0300) Systémy managementu kvality – Základní principy a slovník

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

TNI POKYN ISO 30:2016 (01 5243) Referenční materiály – Vybrané termíny a definice

ČSN EN ISO/IEC 17025 (01 5253) Všeobecné požadavky na kompetenci zkušebních a kalibračních laboratoří

ČSN EN ISO/IEC 17043:2010 (01 5264) Posuzování shody – Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti

ČSN P ISO/TS 13530:2010 (75 7010) Jakost vod – Návod na řízení kvality chemického a fyzikálně-chemického rozboru vod

ČSN ISO 8466-1:1994 (75 7031) Jakost vod – Kalibrace a hodnocení analytických metod a určení jejich charakteristik – Část 1: Statistické hodnocení lineární kalibrační funkce

ČSN ISO 8466-2:2003 (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 11352:2018 (75 7032) Kvalita vod – Odhad nejistoty měření na základě údajů z validace a řízení kvality

Upozornění na národní poznámky

Do této normy byly k článkům 3.15, 5.2.2, 5.2.3, 7.2.3, 10.5.1.3 a ke kapitole 6 doplněny národní poznámky.

Vypracování normy

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

Technická normalizační komise: TNK 104 Kvalita vod

Pracovník České agentury pro standardizaci: Ing. Barbara Aksamitová

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

TECHNICKÁ SPECIFIKACE
TECHNICAL SPECIFICATION
SPÉCIFICATION TECHNIQUE
TECHNISCHE SPEZIFIKATION

CEN/TS 16800

Prosinec 2020

ICS 13.060.50
CEN/TS 16800:2015

Nahrazuje

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 2020-11-09 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, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarska a Turecka.



Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung

Řídící centrum CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brusel

© 2020 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv prostředky

Ref. č. CEN/TS 16800:2020 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva.....	7
Úvod.....	8
1..... Předmět normy.....	9
2..... Citované dokumenty.....	9
3..... Termíny a definice.....	9
4..... Zásady.....	15
5..... Charakterizační nástroj: charakteristiky metody.....	16
6..... Vývoj metody.....	20
7..... Vnitrolaboratorní validace (V1) - možnost 1, základní postup.....	22
8..... Vnitrolaboratorní validace (V1) - možnost 2, včetně ověření LOQ.....	25
9..... Mezilaboratorní validace 2 (V2).....	26
10..... Dokumentace validačního procesu.....	29
Příloha A (normativní) Vnitrolaboratorní validace.....	32
Příloha B (normativní) Modul C: Vnitrolaboratorní výkonnost.....	35
Příloha C (normativní) Modul D: Požadavky na mezilaboratorní validační studii.....	36

Příloha D (informativní) Struktura a obsah dokumentace pro validační studii (V2).....	38
Příloha E (informativní) Zkoušení robustnosti systematickou změnou ovlivňujících faktorů.....	42
Příloha F (informativní) Postup přidavku analytu k pevným matricím.....	43
Bibliografie.....	44

Evropská předmluva

Tento dokument (CEN/TS 16800:2020) vypracovala technická komise CEN/TC 444 *Environmentální charakterizace pevných matric*, jejíž sekretariát zajišťuje NEN.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoli nebo všech patentových práv.

Tento dokument nahrazuje CEN/TS 16800:2015.

Hlavní rozdíly proti předchozímu vydání:

- předmět normy byl rozšířen; dokument se používá nejen pro vodu, ale také pro environmentální pevné matrice a podle toho byl upraven;
- do informativní přílohy byl přidán postup přidavku analytu k pevným matricím.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, 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. 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 matric. Ačkoliv vývoj tohoto přístupu byl vyvolán potřebami pro monitoring nových znečišťujících látek, má obecnou povahu a může být používán pro měření koncentrace celé řady látek v různých matricích.

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

Tento protokol provede uživatelé 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 matrici, ale není vhodná pro stejnou látku v jiné sledované matrici;
- validačními postupy, které mají být provedeny, aby byl účinně prokázán stav validace vybrané metody podle přijatého přístupu.

Aby bylo možné se dohodnout na použití jedné metody nebo několika podobných metod v přeshraničním nebo multimetrológickém kontextu a aby bylo možné porovnání výsledků předávaných několika poskytovateli údajů na stejném místě (např. kvalita vody stanovená na obou březích stejné řeky nebo složení půdy stanovená na obou stranách hranice nebo kontinuita hodnocení kvality odpadů po poskytovateli měření), musí být jasně zveřejněna LOQ metody měření.

LOQ smí být výsledkem:

- statistického hodnocení opakovaných měření vzorku pro slepé stanovení nebo vzorku s nízkou koncentrací sledované látky (LOQ);
- experimentálního ověření s matricí vzorku s přidavkem analytu, že LOQ splňuje validační kritéria přesnosti (LOQ-V).

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

LOQ a LOQ-V mohou být také různé v závislosti na analytické metodě. Proto, pokud jsou kritéria stanovena

s použitím LOQ metody, je nezbytné objasnit, zda je míněna LOQ nebo LOQ-V.

1 Předmět normy

Tento dokument popisuje přístup pro validaci fyzikálně-chemických analytických metod, které se používají pro environmentální pevné matrice a vodu.

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

- a) vývoj metody, jestliže je metoda vyvinuta laboratoří, nebo podmínky jejího zavedení, jestliže je metoda normalizovaným postupem zavedeným laboratoří;
- b) validace na úrovni jednotlivých laboratoří (vnitrolaboratorní validace);
- c) 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 je přísně hierarchický, tj. metoda musí splnit všechna kritéria vnitrolaboratorní validace, než může být zahájena mezilaboratorní validace.

Tento dokument je použitelný pro validaci celé řady kvantitativních fyzikálně-chemických zkušebních metod pro analýzu vody (včetně pitné, povrchové, podzemní, odpadní a mořské vody) a pevných environmentálních matric, například půd, kalů, kapalných a pevných odpadů, sedimentů a bioty. Je určen buď pro zkušební 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.

V tomto dokumentu je za definicemi (kapitola 3) a popisem zásad (kapitola 4) uvedena pomůcka (nástroj), popisující příslušné charakteristiky ve validačním procesu.

Kapitoly 7 a 8 jsou zaměřeny na proces vnitrolaboratorní validace (V1) a kapitola 9 na proces mezilaboratorní validace (V2). Kapitoly 7 a 8 z velké části popisují stejné procesy, ale liší se přístupem pro stanovení LOQ.

V kapitole 10 je popsáno předávání výsledků validačních studií.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.