

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.060.70 **Leden 2013**

ČSN
ISO 29201
75 7014

Kvalita vod – Variabilita výsledků zkoušek a nejistota měření u mikrobiologických metod

Water quality – The variability of test results and the uncertainty of measurement of microbiological enumeration methods

Qualité de l'eau – Variabilité des résultats d'essais et incertitude de mesure des méthodes d'énumération microbienne

Tato norma je českou verzí mezinárodní normy ISO 29201:2012. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the International Standard ISO 29201:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

Souvisící ČSN

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

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

ČSN P ISO/TS 19036 (56 0625) Mikrobiologie potravin a krmiv – Pokyny pro odhad nejistoty měření při kvantitativním stanovení

ČSN P ENV ISO 13843 (75 7015) Jakost vod – Pokyny pro validaci mikrobiologických metod

ČSN EN ISO 8199 (75 7810) Jakost vod – Obecný návod pro stanovení mikroorganismů kultivačními metodami

Vypracování normy

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

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Alena Mastná

MEZINÁRODNÍ NORMA

Kvalita vod – Variabilita výsledků zkoušek a nejistota měření ISO 29201
u mikrobiologických metod První vydání
2012-01-15

ICS 13.060.70

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Základní pojmy 7

3 Mikrobiologické metody 9

4 Volby postupu 10

5 Postup vyhodnocení nejistoty složka po složce 12

6 Globální postup stanovení operační nejistoty 13

7 Kombinovaná nejistota výsledku zkoušky 14

Příloha A (informativní) Značky a definice 16

Příloha B (normativní) Obecné zásady kombinování složek nejistoty 17

Příloha C (normativní) Vnitřní variabilita – relativní nejistota rozdělení pravděpodobnosti počtů kolonií 21

Příloha D (normativní) Vnitřní variabilita stanovení nejvíce pravděpodobného počtu 23

Příloha E (normativní) Vnitřní variabilita (standardní nejistota) potvrzovaných počtů 25

Příloha F (normativní) Globální postup stanovení operační nejistoty a kombinované nejistoty 28

Příloha G (normativní) Stanovení kombinované relativní nejistoty za podmínek vnitrolaboratorní reprodukovatelnosti postupem složka po složce 33

Příloha H (normativní) Experimentální vyhodnocení rozptylu odběru podvzorku 37

Příloha I (normativní) Relativní opakovatelnost a vnitrolaboratorní reprodukovatelnost měření objemu 39

Příloha J (normativní) Relativní nejistota součtu zkoušených objemů 41

Příloha K (normativní) Relativní nejistota faktoru zředění F 44

Příloha L (normativní) Opakovatelnost a vnitrolaboratorní reprodukovatelnost počítání 45

Příloha M (normativní) Vlivy inkubace – Nejistota způsobená polohou a časem 49

Příloha N (informativní) Vyjadřování a používání nejistoty měření 54

Bibliografie 59



DOKUMENT CHRÁNĚNÝ COPYRIGHTEM

© ISO 2012

Veškerá práva vyhrazena. Pokud není specifikováno jinak, nesmí být žádná část této publikace reprodukována nebo používána v jakékoliv formě nebo jakýmkoliv způsobem, elektronickým nebo mechanickým, včetně fotokopíí a mikrofilmů, bez písemného svolení buď od organizace ISO na níže uvedené adrese, nebo od členské organizace ISO v zemi žadatele.

ISO copyright office

Case postale 56 · CH-1211 Geneva 20

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

E-mail copyright@iso.org

Web www.iso.org

Published in Switzerland

Předmluva

ISO (Mezinárodní organizace pro normalizaci) je celosvětová federace národních normalizačních orgánů (členů ISO). Mezinárodní normy obvykle vypracovávají technické komise ISO. Každý člen ISO, který se zajímá o předmět, pro který byla vytvořena technická komise, má právo být v této technické komisi zastoupen. Práce se zúčastňují také vládní i nevládní mezinárodní organizace, s nimiž ISO navázala pracovní styk. ISO úzce spolupracuje s mezinárodní elektrotechnickou komisí (IEC) ve všech záležitostech normalizace v elektrotechnice.

Návrhy mezinárodních norem jsou vypracovávány v souladu s pravidly danými směrnici ISO/IEC, část 2.

Hlavním úkolem technických komisí je příprava mezinárodních norem. Návrhy mezinárodních norem přijaté technickými komisemi se rozesílají členům ISO k hlasování. Vydání mezinárodní normy vyžaduje souhlas alespoň 75 % hlasujících členů.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky této mezinárodní normy mohou být předmětem patentových práv. ISO nelze činit odpovědnou za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Mezinárodní normu ISO 29201 vypracovala technická komise ISO/TC 147 *Jakost vod*, subkomise SC 4 *Mikrobiologické metody*.

Úvod

Od zkušebních laboratoří se vyžaduje, aby používaly postupy stanovení nejistoty měření (viz ISO/IEC 17025^[5]). Bez tohoto údaje nemohou být výsledky měření porovnávány ani mezi sebou, ani s referenčními hodnotami (viz ISO/IEC Guide 98-3:2008^[7]).

Obecné pokyny k vyhodnocování a vyjadřování nejistoty měření byly vypracovány experty pro fyzikální a chemickou metrologii a publikovány ISO a IEC v ISO/IEC Guide 98-3:2008^[7]. ISO/IEC Guide 98-3:2008^[7] však není určen pro měření, v nichž jsou pozorovanými hodnotami počty.

ISO/IEC Guide 98-3:2008^[7] zdůrazňuje princip „zákona šíření nejistoty“, při němž je kombinovaný odhad nejistoty konečného výsledku složen z jednotlivých složek vyhodnocených jakýmkoli způsobem, které jsou praktické. V této normě se označuje jako „postup složka po složce“. Je také známý jako postup „zdola nahoru“ nebo „krok za krokem“.

Předpokládalo se, že faktory, které ovlivňují nejistotu mikrobiologických metod, nejsou dostatečně prostudované pro použití postupu složka po složce (ISO/TS 19036:2006^[6]). Je možné, že tento přístup podhodnocuje nejistotu, protože opomíjí některé významné příspěvky k nejistotě. Odkaz [19] však ukazuje, že koncepce ISO/IEC Guide 98-3:2008^[7] je přizpůsobivá a použitelná i pro takové údaje, jako je počet.

Jiný princip, postup „černá skříňka“, známý jako „shora dolů“ nebo „globální“, je založen na statistické analýze řad opakovaných pozorování konečného výsledku (viz ISO/TS 19036:2006^[6]). Při globálním postupu není nutno kvantifikovat nebo dokonce přesně znát, jaké jsou příčiny nejistoty v černé skřínce.

Podle globální filosofie se může nejistota, vyhodnocená pro danou metodu používanou v určité laboratoři, používat i pro následující výsledky získané touto metodou v téže laboratoři pod podmínkou, že je to zdůvodněno relevantními údaji o řízení kvality (EURACHEM/CITAC CG 4^[10]). Každý analytický výsledek produkovaný danou metodou tedy má mít stejnou předvídatelnou nejistotu. Toto ustanovení je pochopitelné u chemické analýzy. V chemických analýzách je nejistota analytického postupu a nejistota konečného výsledku analýzy obvykle stejná. Globální postup obvykle zamítá možnost, že může být na nejistotě jednotlivé analýzy něco jedinečného.

U mikrobiologických metod mění situaci nekontrolovatelné „změny bez příčiny“, které jsou obvykle spojeny s počty. Celková nejistota výsledku zkoušky může být stanovena teprve potom, když je zjištěn konečný výsledek. Používají se oba postupy, globální i složka po složce.

Nepředvídatelné změny spojené s počty rychle rostou s klesajícími počty. Původní globální návrh proto není vhodný pro nízké počty. Také není použitelný pro metody nejvíce pravděpodobného počtu (MPN) a jiné aplikace nízkých počtů, např. potvrzené počty.

Často je nutné a vždy je užitečné rozlišovat mezi dvěma parametry preciznosti: nejistotou technického měřicího procesu (operační variabilitou), která je více nebo méně předvídatelná, a nepředvídatelnou variabilitou, která je způsobena rozdělením pravděpodobnosti částic. Modifikace globálního principu, která bere v úvahu tyto dva zdroje nejistoty, není omezena nízkým počtem. Tento

globální model je podrobně uveden v této normě.

Teoreticky mají oba kvantitativní postupy poskytovat stejný výsledek. V této normě jsou uvedeny na výběr dva postupy. Nabídka dvou postupů je vhodná nejen proto, že některé strany by mohly dávat přednost jednomu postupu před druhým. V závislosti na okolnostech může být jeden postup účinnější nebo praktičtější než druhý.

Žádná z hlavních strategií však nemůže poskytnout nezpochybnitelný odhad nejistoty. Vždy se něco předpokládá bez možnosti kontroly platnosti v dané situaci. Odhad nejistoty je založen na předchozích empirických výsledcích (experimentálních standardních nejistotách) a/nebo rozumných obecných předpokladech.

1 Předmět normy

Tato norma poskytuje návod na vyhodnocení nejistoty kvantitativních mikrobiologických analýz založených na počítání částic po kultivaci. Zahrnuje všechny varianty metod počítání kolonií a stanovení nejvíce pravděpodobného počtu.

Tato norma obsahuje dva postupy, postup složka po složce (také známý jako zdola nahoru nebo krok za krokem) a modifikovaný globální postup (shora dolů).

Cílem normy je specifikovat způsob získání hodnot vnitrolaboratorní operační variability a kombinované nejistoty konečných výsledků.

Postupy nejsou použitelné pro jiné než mikrobiologické metody.

POZNÁMKA 1 Přílohy jsou většinou normativní. Používají se však pouze ty přílohy, které jsou vhodné. Pokud se zvolí globální postup, mohou se přeskočit všechny normativní přílohy, které patří k postupu složka po složce a naopak.

POZNÁMKA 2 Rozptyl odběru vzorku ze zdroje před analýzou není předmětem této normy, ale je nutno se tomu věnovat při návrzích odběru vzorků a monitorovacích programů.

POZNÁMKA 3 Pochybnost nebo nejistota rozhodování založená na použití analytických výsledků, jejichž nejistota byla stanovena, není předmětem této normy.

POZNÁMKA 4 Extrémní analytická kolísání pozorovaná při zkouškách způsobilosti a v mezikalibračních schématech také nejsou v této normě podrobně uváděna, je však nutno brát je v úvahu při analytickém řízení. Použití údajů z mezikalibrace nabízí možnost zahrnout do stanovení nejistoty i vychýlení mezi laboratořemi (Nordtest Report TR 537^[12]).

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.