

WALIDACJA A WERYFIKACJA METODY POMIAROWEJ

Dorota KOŁAKOWSKA

1. SONEL S.A., Świdnica
tel.: 748583895, e-mail: d.kolakowska@sonel.pl

Streszczenie: Procedury walidacji i weryfikacji laboratoriów badawczych powinny być zgodne z wymogami prawnymi ujętymi w normach. Każde laboratorium badawcze musi dołożyć starań, aby badania i pomiary były wykonywane rzetelnie, zgodnie z aktualnym stanem wiedzy. W artykule przedstawiono wymogi norm, które dane laboratorium powinno przestrzegać.

Słowa kluczowe: Walidacja, weryfikacja, parametry metody.

1. WPROWADZENIE

Istnieje wiele wskaźników składających się na „jakość” badań laboratoryjnych, potwierdzających kompetencje personelu laboratorium, a także właściwy dobór technik i metod pomiarowych.

„Jakość”, jak określił grecki filozof Platon, to pewien stopień doskonałości. Zatem każde przeprowadzone w laboratorium badanie należy przeanalizować pod kątem, czy w laboratorium możliwe jest uzyskanie precyzyjnego i powtarzalnego wyniku badania. Obowiązkiem każdego laboratorium jest zapewnienie odbiorcy badania, iż stosowana metoda pomiarowa jest odpowiednia do określonego zastosowania (PN-EN ISO/IEC 17025:2005 [1], PN-EN ISO 10012:2004 [2]). Według normy PN-EN ISO/IEC 17025:2005 walidacja jest potwierdzeniem przez zbadanie i przedstawienie obiektywnego dowodu, że zostały spełnione wymagania dotyczące zamierzonego zastosowania. Jest potwierdzeniem, że procedura użyta do wykonania konkretnego testu jest odpowiednia do zamierzonego celu.

Celem niniejszego artykułu jest przedstawienie pojęć walidacji i weryfikacji metod pomiarowych.

2. WALIDACJA A WERYFIKACJA

Walidacja jest procesem monitorowania badania, procedury lub metody. Na bieżąco ocenia wyniki pomiarów, zapewnia ich odniesienie do wzorców poprzez stosowanie właściwych narzędzi pomiarowych a także system sprawdzeń i porównań (trasabilność). Gruntowna znajomość metody pomiarów i badań daje możliwość jej doskonalenia, adaptacji do specyficznych potrzeb zleceniodawcy, pozwala na uzyskanie danych do oszacowania budżetu niepewności pomiaru, a także pozwala na prawidłową interpretację uzyskanych wyników. Co ważniejsze walidacja metod dostarcza informacji o kompetencjach technicznych personelu laboratorium, a także informuje o ewentualnym ich doszkoleniu.

Weryfikacja natomiast, to proces jednorazowy, przeprowadzany w celu ustalenia lub potwierdzenia oczekiwanej wydajności testu przed jego zastosowaniem w laboratorium. Weryfikacja oznacza sprawdzenie testu w danym laboratorium.

2.1. Podział walidacji

Walidacja, którą przeprowadza producent danego urządzenia to walidacja podstawowa. Natomiast walidacja, przeprowadzana przez laboratorium to walidacja wtórna.

Walidacja podstawowa – zgodnie z PN-EN ISO/IEC 17025:2005 obejmować powinna:

- Określenie cech charakterystycznych metody, określenie parametrów takich jak: liniowość, powtarzalność, odtwarzalność, a także odporność na czynniki zewnętrzne.
- Specyfikacje wymagań - należy określić parametry, w jakich warunkach metoda ma działać oraz z jaką czułością.

Walidacja wtórna – jej zadaniem jest dokonanie oceny, czy dana metoda pomiarowa z jej parametrami analitycznymi może być stosowana w rutynowej pracy laboratorium.

2.2. Parametry oceniane w procesach walidacji i weryfikacji metody pomiarowej

Dokładność (accuracy) – oznacza „zgodność” z wartościami uzyskanymi metodami referencyjnymi. Powinna być sprawdzana odpowiednimi urządzeniami kontrolnymi, a także poprzez porównania międzylaboratoryjne. Miarą poprawności jest całkowity błąd systematyczny, czyli różnica między wynikiem badania a wartością odniesienia. Jako kryterium dokładności przyjmuje się liczbę obliczoną według wzoru:

$$\text{dokładność} = \frac{\text{liczba wyników prawidłowych}}{\text{liczba wszystkich wyników}} \times 100\% \quad (1)$$

Precyzja (precision) – zgodność wyników serii pomiarów przy użyciu danej metody. Miernikiem precyzji dla metod ilościowych jest odchylenie standardowe (wzór (2)). Miarą precyzji jest powtarzalność i odtwarzalność.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2)$$

Powtarzalność (repeatability) – zgodność wyników uzyskanych w tych samych warunkach, w tym samym laboratorium i przez tę samą osobę w krótkim czasie. Jako miarę powtarzalności przyjmuje się:

$$\text{powtarzalność} = \frac{\text{liczba "powtórzonych" wyników zgodnych}}{\text{całkowita liczba wyników}} \times 100\%. \quad (3)$$

Odtwarzalność (reproducibility) – precyzja w warunkach odtwarzalności, tj. w różnych laboratoriach, tą samą metodą, przez różne osoby, w długim okresie czasu. Jako miarę odtwarzalności przyjmuje się:

$$\text{odtwarzalność} = \frac{\text{liczba "odtworzonych" wyników zgodnych}}{\text{całkowita liczba wyników}} \times 100\% . \quad (4)$$

Odporność metody (ruggedness) – wpływ zmiany warunków środowiskowych na stabilność wyników.

Na uzyskane wyniki pomiarów mają wpływ:

- niedokładność narzędzi pomiarowych,
- nieścisłość w wykonywaniu danej procedury pomiarowej,
- wpływ czynników losowych.

2.3. Kiedy należy przeprowadzać walidację metody?

Metoda powinna być walidowana, kiedy należy wykazać, że jest ona odpowiednia do konkretnego problemu. Może to dotyczyć: wprowadzenia nowej metody, jej udoskonalenia lub zastosowanie do innego, nowego problemu, a także, kiedy kontrola jakości wykaże, iż dana metoda nie jest niezmienna w czasie. Walidację przeprowadza się także wtedy, gdy dana metoda pomiarowa ma zostać zastosowana przez inny personel i na innej aparaturze.

3. PROCEDURA WALIDACJI

3.1. Plan walidacji

Przed przystąpieniem do walidacji należy opracować plan, który będzie uwzględniał:

- rodzaj metody: jakościowa, ilościowa,
- rodzaj wyposażenia niezbędnego do wykonania danego badania,
- określenie wartości referencyjnych, ustalonych na podstawie metod odniesienia,
- wskazanie personelu laboratorium, który będzie przeprowadzał dane badanie, a także interpretacje wyników,
- określenie czasu wykonywania danego badania.

3.2. Protokół walidacji

Po zakończeniu badań walidacyjnych należy skomplementować całą dokumentację źródłową oraz wyniki

przeprowadzonych badań. Laboratorium może samo zdecydować o sposobie zapisywania wyników pochodzących z przeprowadzonej walidacji. Wyniki można przedstawić w formie opisowej lub w postaci tabeli. Jednakże w protokole powinna się znaleźć: informacja o zastosowanej metodzie badawczej, celu badania, spis przyrządów pomiarowych wykorzystanych podczas badania (nazwa, producent), dane osób wykonujących i sprawdzających pomiary, a także podpisy osób upoważnionych do zatwierdzenia walidacji metody.

3.3. Rewalidacja

Rewalidacja zalecana jest po wprowadzeniu istotnej zmiany w metodzie badawczej. Jej zakres ustala laboratorium. Rewalidację wykonuje się w następujących przypadkach:

- zmiany wyposażenia pomiarowo – badawczego lub zmiany jego lokalizacji,
- zmiany warunków środowiskowych, w których wykonywane są badania,
- zmiany personelu wykonującego pomiary.

4. PODSUMOWANIE

Walidacja jest procesem sprawdzającym spełnianie przez laboratorium określonych kryteriów. Stała się ona standardem nie tylko w normach technicznych, ale także w przepisach prawnych, aczkolwiek, żaden dokument nie wskazuje na częstotliwość jej przeprowadzania. Jest ona jednak niezbędna do potwierdzenia poprawności danej metody i jej monitorowania. Walidacja odpowiada na pytanie: „czy dany test działa w naszym laboratorium?”. Walidacja, jako proces ciągły, rozpoczyna się w chwili testowania nowego produktu, nowego stanowiska laboratoryjnego, nowej procedury pomiarowej i kończy w chwili jego zatrzymania. Status procesu „walidowanego” oznacza, że proces ten pozostaje pod stałą kontrolą [3].

5. BIBLIOGRAFIA

1. PN-EN ISO/IEC 17025:2005 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
2. PN-EN ISO 10012:2004 Systemy zarządzania pomiarami - Wymagania dotyczące procesów pomiarowych i wyposażenia pomiarowego.
3. Piotrowski J., Kostyrko K.: Wzorcowanie aparatury pomiarowej, Wyd. Naukowe PWN, Warszawa 2000.

VALIDATION AND VERIFICATION OF THE MEASUREMENT METHOD

There are many indicators of the "quality" of laboratory tests confirming the competence of laboratory staff as well as the technologies used. Validation is the process of monitoring a test, procedure or method. It proves that the laboratory controls the method and gives reliable results.

Verification, whereas, is a one-off process, carried out to establish or confirm the expected performance of the test before applying it in the lab. Verification means checking the test in a given laboratory.

The laboratory, while testing a given product, should be sure of the results obtained. Its duty is to confirm laboratory staff competences and ensure the recipient of the results that the measurements methods are appropriate. The use of well-described and tested methods does not automatically give a guarantee of obtaining reliable results. Therefore, the laboratory should control the quality of performed tests in order to be able to prove that it is able to meet the acceptance criteria described in the methods used by it.

Keywords: Validation, verification, tests parameters.