

EUROLAB "Cook Book" – Doc No. 1

Translated into Russian by LLC "Profilab" (with the permission of EUROLAB)

"Поваренная книга" EUROLAB – Документ No. 1

Переведено на русский язык ООО "Профилаб" (с разрешения EUROLAB)

ВЫБОР, ВЕРИФИКАЦИЯ И ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДОВ

Основные положения

Определения и требования к выбору, верификации и валидации методов приведены в разделах 3.8, 3.9 и 7.2 ISO/IEC 17025:2017.

Верификация:

Стандартные методы необходимо верифицировать для доказательства того, что лаборатория способна выполнять определенные виды деятельности. Верификация является демонстрацией того, что лаборатория способна воспроизвести стандартный метод с приемлемым уровнем исполнения. Верификация в условиях применения (метода) демонстрируется через подтверждение соответствия системы установленным для метода требованиям, а также демонстрацией правильности и прецизионности или других параметров метода в зависимости от типа метода. Для получения дополнительной информации и примеров см. JCGM200:2012 - § 2.44

Валидация:

ISO/IEC 17025:2017 – пункт 7.2.2.1: "Лаборатория должна проводить валидацию нестандартных методов, методов, разработанных лабораторией, и стандартных методов, используемых за пределами их области применения или каким-либо иным образом модифицированных. ..."

Для получения дополнительной информации и примеров см. JCGM200:2012 - § 2.45

Моменты, которые следует принять во внимание

Выбор:

Заказчик может определить метод, который будет применяться, в противном случае лаборатория может выбрать подходящий метод и проинформировать заказчика.

Согласие заказчика обычно предоставляется в письменной форме; соглашение может быть частью договора. Если имеет место отступление от метода, заказчик должен быть уведомлен об этом отступлении, если конкретное утверждение уже не было включено как часть договора. Отступление от стандартного метода требует валидации метода.

Верификация:

Верификацию следует задокументировать таким образом, чтобы предоставить доказательства того, что лаборатория способна достигнуть требуемых рабочих характеристик метода; это может включать:

- Оценку повторяемости и/или воспроизводимости
- Характеристики приборов
- Квалификацию оператора (обучение, опыт, компетенции, ...)
- Условия окружающей среды

- Материалы или реактивы
- Любые другие характеристики, которые могут повлиять на результат

Общие случаи перечислены ниже:

- *Методы, изложенные в национальных и международных стандартах*, следует рассматривать как валидированные. Тем не менее, должно быть подтверждено, что при применении (метода) в лаборатории все условия выполнены. Это включает в себя заявленную неопределённость измерений. Если неопределённость измерений результата не упоминается или не устанавливается в национальном или международном стандарте, то лаборатории следует подумать про неопределённость при применении такого стандарта.
- *Редко используемые методы*. Если метод используется только время от времени, поддержание компетентности персонала или пригодности оборудования могут быть поставлены под сомнение. В данном случае следует привести обоснование, учитывая, например, опыт и образование персонала в областях, близких к рассматриваемому методу, или напрямую самого метода.

Пример: При проведении испытаний на прочность и деформации 24-футовых контейнеров один раз в два года, при верификации следует учитывать, имеет ли персонал достаточную подготовку по механике или механике твёрдых тел и регулярно ли проводятся в лаборатории другие крупномасштабные механические испытания.

Валидация:

При планировании валидации можно значительно сократить работы при наличии технической компетентности и используя системный подход. Одна из целей заключается в определении наиболее важных и заслуживающих наибольшего внимания факторов. Можно выделить три основных этапа:

- Различать метод испытаний и методы получения и подготовки пробы, включая отбор проб.
- Рассмотреть факторы, влияющие на испытания или измерение (оборудование и калибровка, обращение с пробой, методика испытаний или измерений, анализ и способ получения результатов).
- Рассмотреть дополнительные изменяющиеся факторы (окружающая среда, образование и опыт оператора, частота применения метода).

В документации следует чётко описать, какие факторы имеют значение и почему, и как они рассматриваются при валидации. Следует описать условия и ограничения.

Примечание: Одним из важных отличительных признаков является то, что метод может быть достоверным, но не обязательно подходящим, например, результат – это то, что заявлено, но не свидетельствует о том, что действительно нужно. Можно найти много примеров в старых, но все еще применяемых стандартах в области испытания продукции.

Два главных принципа валидации:

Валидация может быть проведена с применением следующих принципов, часто в сочетании:

- Использование научных знаний и признанного опыта для описания и демонстрации обоснованности включенных факторов.

Пример: Время для достижения термодинамического равновесия в климатической камере может быть оценено либо с помощью анализа размерностей законов теплового потока, либо по опыту измерений в схожих ситуациях

- Использование, если это возможно, межлабораторных сличений, проверок квалификации или стандартных образцов, чтобы показать, что полная цепочка испытаний или анализа приводит к заявленному результату, включая неопределённость измерений, и в интересующем диапазоне.

Пример: Химический анализ на оборудовании типа «чёрный ящик» может быть валидирован через применение стандартных образцов или участие в проверках квалификации.

Различные типы методов

Процедуру валидации следует выбирать в соответствии с фактическим типом метода.

Расширение (области применения) метода или изменение в методологии очень важны для обеспечения нужд инновационных отраслей промышленности. Такая валидация важна для эффективной аккредитации в *гибкой области*. Рекомендуется использовать научные знания или опыт. Необходима хорошая компетентность персонала лаборатории.

Пример: Исследования электромагнитной совместимости (ЕМС) в расширенных диапазонах частот требуют как научной базы, так и опыта работы в реальной безэховой испытательной камере, чтобы оценить необходимое количество геометрий и конфигураций антенны для достижения итоговой неопределённости измерений.

Собственные методы должны быть валидированы лабораторией, но с учётом соотношения затрат и выгод и по согласованию с заказчиком. Часто методика является расширением или простой комбинацией известных методов.

Пример: Крутящий момент, необходимый для открытия крышки, может быть измерен простым способом с неопределённостью измерений, скажем, 3 %, но достичь неопределённости измерений 1 % может быть достаточно трудно. Если изменение в крутящем моменте между банками обычно составляет 10 %, а цель заключается в проверке возможности открывать банки пожилыми людьми, очевидно, что обоснованной будет (неопределённость) 3 %.

Валидация является относительным понятием, и её объем всегда следует определять с учётом предполагаемого использования результатов. Это подразумевается в указанном выше пункте 7.2.2.

Новый метод

В соответствии с вышеизложенным, каждый новый метод перед его применением должен быть валидирован или верифицирован. И валидация, и/или верификация должны быть задокументированы и утверждены.

Неопределённость измерений, соответствующая цели, как часть процедуры валидации

Оценивание неопределённости измерений может показаться сложным и не всегда возможным. Чаще всего существуют простые способы получения надёжных оценок неопределённости измерений. Постоянно обновляемый список подходящих документов доступен на сайте EUROLAB (www.eurolab.org) (для справочной информации используйте GUM).

Если возможно, в оценку могут быть включены определения инструментальной неопределённости и целевой неопределённости (понятия описаны в VIM).

Можно привести следующие некоторые практические правила:

- Можно сделать различие между дисперсией (рассеянием) в испытываемых объектах

(представительность образца) и дисперсией (неопределённостью) метода испытаний.

- Выбор типа (оценивания неопределенности) А или типа В следует делать в соответствии с особенностями вклада.
- Если необходимо использовать и суммировать оценки по типу В, важно определить те, которые вносят наибольший вклад.
- Остальные вклады (менее 5 % от наибольшего вклада), как правило, можно отбросить.

В химическом анализе, например, мера локальной неопределенности, *повторяемость*, используется для контроля стабильности производственных процессов и т.д., которые могут содержать *смещение, систематическую погрешность*, вносящих вклад в общую неопределённость. В других областях, где к продукции предъявляются особые требования к обеспечению безопасности при применении, необходимо использовать общую неопределённость, связывающую результаты с истинным значением.

Понятием, связанным с этим, является *воспроизводимость*, которая описывает, как правило, для некоторого количества лабораторий и операторов возможность получения схожих результатов с течением времени, применяя один метод.

Примечание: В стандарте ISO/IEC 17025 упоминается ряд рабочих характеристик метода испытаний, таких как робастность, чувствительность, предел обнаружения и т.д.; эти термины являются характерными для конкретных областей, и при необходимости их следует рассматривать через определения, приведенные в VIM.

Смотрите также:
JCGM 100 (GUM)
JCGM 200 (VIM)

За перевод настоящей CookBook и любые дополнительные правки несет ответственность ООО «Профилаб» (Беларусь, Минск).