



Оптимизация расходов на валидацию и верификацию методик путем внедрения лабораторной информационной системы «АИС «Лаборатория»

Директор УКЦ «Евроакадемия», к.т.н., Новиков В.В.
г.Киев, Украина
19.10.2016

**IX Международная выставка LABComplex.
Аналитика. Лаборатория. Биотехнологии. HI-TECH.**



Что такое «валидация»?

- Validation – оценка пригодности к применению. Термин используется во многих областях деятельности – ИТ, машиностроение, фармацевтическая сфера.
- Валидация (ISO 9000)- подтверждение на основе представления объективных свидетельств того, что требования, предназначенные для конкретного использования или применения, выполнены, декларируемые свойства и характеристики подтверждаются, а поставленная цель достигнута.
- В ISO VIM(JCGM200:2008) дается следующее определение: **Валидация(оценка пригодности)** методики – подтверждение путем исследования и предоставления объективных доказательств того, что конкретные требования к специфическому целевому использованию выполняются.

Цели валидации

- Цель валидации методики – показать пригодность применения методики в конкретной лаборатории при конкретных условиях.

Валидация и верификация

- Верификация – предоставления объективных доказательств того, что данный элемент выполняет указанные требования(ISO/IEC Guide 99:2007)
- Верификация может быть выполнена только для уже провалидированной или стандартизованной методики.
- Лаборатория должна подтвердить, что она может правильно использовать стандартные методы, прежде чем осуществлять испытания или калибровки. Если стандартный метод меняется, подтверждение должно быть повторено.(ISO\IEC 17025, 5.4.2.)
- У верификации другая цель
- Верификация обычно осуществляется путем сравнение полученных лабораторией характеристик при использовании методики с характеристиками заявленными в самой методике.

Какие методики необходимо валидировать? Требования ISO\IEC 17025(п.5.4.5)

- Лаборатория должна оценивать пригодность следующих методик для подтверждения того, что методики подходят для целевого использования:
 - нестандартных методик;
 - методик созданных/разработанных лабораторией;
 - стандартных методик, используемых за пределами целевой области распространения;
 - расширений и модификаций стандартных методик.

Ф-08.01.33

- “Перевіряння методу або оцінювання придатності методу”

Адміністрування ▾ Обладнання/Приміщення ▾ Випробування ▾ Опції ▾

- Замовники
- Випробування ▸
 - Потрібне
 - Потрібен (контрольний зразок): (2)
 - Потрібен контроль(стандартний зразок): (7)
- Обладнання/Приміщення ▸
- Інше ▸

Результати ВЛК Журнал МЛП Журнал стандартних зразків Журнал контрольних зразків Порядок ВЛК Зразки для ВЛК

Звіти з валідації

Звіт з верифікації

15

16

Іні ▾

- Типи заявок
- Типи зразків
- Методики ▸
- Звіти з верифікації ▸
 - Всі
 - Готові до затвердження (1)
 - Затверджені (372)
- Групи показників
- Шаблони випробувань
- Метапоказники

Звіти з верифікації Вміст протеїну (ГОСТ 10846)

Загальна інформація Результати ВЛК Журнал МЛП Журнал стандартних зразків Журнал контрольних зразків Порядок ВЛК Зразки для ВЛК Усі з

Звіти з верифікації Звіти з валідації

Згенерувати звіт з верифікації

Від

До

Зразки

Номер	Користувач	Затверджено
97-15-Вміст протеїну (ГОСТ 10846)	22.04.2015 11:28, Сурженко І.О.	22.04.2015 12:07, Топораш І.Г.
98-15-Вміст протеїну (ГОСТ 10846)	22.04.2015 12:10, Сурженко І.О.	22.04.2015 12:11, Топораш І.Г.

ЗВІТ З ВЕРИФІКАЦІЇ МЕТОДИКИ №97-15-ВМІСТ ПРОТЕЇНУ (ГОСТ 10846) ВІД 22.04.2015

Метод : ГОСТ 10846

Показник: Вміст білка в перерахунку на суху речовину (Nx6,25)

Верифікація(контроль) повторюваності

Результати

Дата	Виконавець	Зразок	Результати, %	Середнє, %	Повторюваність, %
03.02.2014	Сурженко І.О.	№330-14	44.65; 44.45; 45.05	44.72	0.31
05.02.2014	Червоніс М.В.	№391-14	35.66; 35.91; 35.47	35.68	0.22
15.04.2014	Влажівська Л.О.	№1333-14	10.43; 10.29; 10.17	10.30	0.13
15.04.2014	Влажівська Л.О.	№1334-14	11.33; 11.09; 10.93	11.12	0.2
13.10.2014	Боделан О.П.	№2943-14	38.77; 38.35; 38.28	38.47	0.27

Загальна повторюваність = 0.23

Межа повторюваності = 2.50 (6.5%)

Висновок: Лабораторія правильно використовує методику

Показник: Вміст білка в перерахунку на суху речовину (Nx5.7)

Верифікація(контроль) повторюваності

ЗВІТ З ВЕРИФІКАЦІЇ МЕТОДИКИ №98-15-ВМІСТ ПРОТЕЇНУ (ГОСТ 10846) ВІД 22.04.2015

Метод: ГОСТ 10846

Показник: Вміст білка в перерахунку на суху речовину (Nx5.7)

Верифікація(контроль) повторюваності та відтворюваності

Результати

Дата	Видонавець	Зразок	Результати,	Середнє,	Повторюваність,
14.03.2014	Боделан О.П.	№15-2014	11.94; 11.85	11.89	0.06
19.05.2014	Блажневська Л.О.	№15-2014	12.11; 12.18	12.14	0.05
13.06.2014	Сурженю І.О.	№15-2014	12.02; 12.19	12.11	0.12
23.07.2014	Блажневська Л.О.	№15-2014	12.17; 12.10	12.13	0.05
24.09.2014	Сурженю І.О.	№15-2014	12.11; 12.10	12.11	0
24.02.2015	Сурженю І.О.	№15-2014	12.20; 12.12	12.16	0.06
			Загальне середнє:	12.16	
			Відтворюваність:	0.1 %	

Загальна повторюваність= 0.07 %

Межа повторюваності=0.21 %(1.73%)

Відтворюваність= 0.1 %

Межа відтворюваності=0.21 %(1.73%)

Висновок: Лабораторія правильно використовує методику

- ДП “Агмінтест” має 398 звітів з верифікації витративши саме на цей процес не більше 15 людино-годин разом з затвердженням цих звітів

Протоколи >

Звіти з валідації >

Всі

Незатверджені (2)

Затверджені (6)

Плани валідації >

Типи факторів

Всі

Незатверджені

Затверджені (8)

Затверджені звіти з валідації



50 ▾

1..6 Відмінити опції

Δ Номер X Номер:	Дата створення Дата створення:	Методика Нд: Методика:	Статус Затвердив:	
8-15-Вміст ГМО (кількість) (АГМ-09/ ISO 21570)	30.07.2015 12:37, Сурженко І.О.	Вміст ГМО (кількість) (АГМ-09/ ISO 21570)	Затверджено 22.10.2015 11:52, Сурженко І.О.	
10-15-Радіонукліди (АГМ-07)	31.07.2015 10:40, Сурженко І.О.	Радіонукліди (АГМ-07)	Затверджено 04.08.2015 17:14, Топораш І.Г.	
11-15-Вміст мінеральних масел (АГМ-05)	31.07.2015 11:19, Городній О.П.	Вміст мінеральних масел (АГМ-05)	Затверджено 28.09.2015 15:12, Сурженко І.О.	
12-15-Глюкозинолати (АГМ-01)	31.07.2015 15:51, Сурженко І.О.	Глюкозинолати (АГМ-01)	Затверджено 07.08.2015 16:08, Топораш І.Г.	
13-16-Дезоксиниваленол (вомітоксин) (АГМ-12)(N)	30.08.2016 10:06, Городній О.П.	Дезоксиниваленол (вомітоксин) (АГМ-12)(N)	Затверджено 22.09.2016 15:13, Топораш І.Г.	
15-16-Вміст фумонізинів (АГМ-14)(N)	02.09.2016 16:45, Городній О.П.	Вміст фумонізинів (АГМ-14)(N)	Затверджено 22.09.2016 15:23, Топораш І.Г.	

Звіт з валідації №15-16-Вміст фумонізину (АГМ-14)(N)

Плани валідації

Готові до друку

Дата створення: 02.09.2016 16:45, Городній О.П.

Дата затвердження: 22.09.2016 15:23, Топораш І.Г. [Відмінити затвердження](#)

Методика: Вміст фумонізину (АГМ-14)(N)

Назва: Визначення фумонізину

Коментарі:

Плани валідації:



Назва	Експериментальні плани	Користувач	Затверджено							
АГМ-14	<table border="1"><thead><tr><th>Назва</th><th>Показник</th><th>Тип</th></tr></thead><tbody><tr><td>1</td><td>Вміст фумонізину</td><td>Спеціальний</td></tr></tbody></table>	Назва	Показник	Тип	1	Вміст фумонізину	Спеціальний	08.09.2016 15:30, Городній О.П.	08.09.2016 15:33, Сурженко І.О.	Відмінити затвердження
Назва	Показник	Тип								
1	Вміст фумонізину	Спеціальний								

План валідації АГМ-14

Дата створення: 08.09.2016 15:30, Городній О.П.

Дата затвердження: 08.09.2016 15:33, Сурженко І.О. [Відмінити затвердження](#)

Методика: Вміст фумонізину (АГМ-14)(N)

Звіт з валідації: 15-16-Вміст фумонізину (АГМ-14)(N)

Страница: 1 из 1

SC "AGMINTEST"	Процедура СУ	Редакція	0
Система управління ДСТУ ISO/ IEC 17025:2006 ДП «Агмінтест»	МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ	Аркуш	1 / 1
	Пр-14-5,4	Зміна №	0

**ПЛАН ВАЛІДАЦІЇ АГМ-14 ЗВІТУ З ВАЛІДАЦІЇ №15-16-ВМІСТ
ФУМОНІЗИНІВ (АГМ-14)(N) ВІД 08.09.2016**

SC "AGMINTEST"Система управління
ДСТУ ISO/IEC 17025:2006
ДП «Агмінтест»Процедура СУ
**МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І
ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ**
Пр-14-5.4

Редакція 0

Аркуш 4 / 11

Зміна №
0**РЕЗУЛЬТАТИ ВАЛІДАЦІЇ ДЛЯ ПЛАНУ ВАЛІДАЦІЇ АГМ-14 ЗВІТУ З ВАЛІДАЦІЇ №15-16-ВМІСТ
ФУМОНІЗИНІВ (АГМ-14)(N) ВІД 08.09.2016**

Метод : АГМ-14

Експериментальний план : 1

Показник : Вміст фумонізинів

Тип експериментального плану : Спеціальний

Кількість повторів(результатів для повторюваності) : 2

Кількість рівнів : 3

Кількість факторів(або повторів в умовах відтворюваності) : 3

Дослідження на викиди за ISO 5725-2:

Температура	Виконавець	Посуд	1/195 ppb(µg/kg), u=20		Середнє	Ст. відх.(SD)	2/975 ppb(µg/kg), u=96		Середнє	Ст. відх.(SD)	3/1950 ppb(µg/kg), u=195		Середнє	Ст. відх.(SD)
20	Городній О.П.	Комплект 1	196	204	200.0	5.7	1005	983	994.0	15.6	1926	1957	1941.5	21.9
30	Городній О.П.	Комплект 1	189	202	195.5	9.2	985	1008	996.5	16.3	1921	1976	1948.5	38.9 Стат. Коефіцієнт=0.2 Кр. значення 1%=0.794 Кр. значення 5%=0.68
30	Тяченко Ю.П.	Комплект 1	182	194	188.0 Стат. Граббса=1.5 Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274	8.5	966	992	979.0	18.4	1956	1929	1942.5	19.1
20	Тяченко Ю.П.	Комплект 2	207	185	196.0	15.6 Стат. Коефіцієнт=0.3 Кр. значення 1%=0.794 Кр. значення 5%=0.68	969	990	979.5	14.8	1977	1939	1958.0	26.9
30	Городній О.П.	Комплект 2	200	210	205.0 Стат. Граббса=1.4	7.1	964	1000	982.0	25.5 Стат. Коефіцієнт=0.3	1936	1964	1950.0	19.8

SC "AGMINTEST"

Система управління
ДСТУ ISO/ IEC 17025:2006
ДП «Агмінтест»

Процедура СУ
МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І
ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ
Пр-14-5.4

Редакція 0
Аркуш 5 / 11
Зміна № 0

					Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274					Кр. значення 1%=0.794 Кр. значення 5%=0.68				
20	Тлачення Ю.П.	Комплект 1	183	197	190.0	9.9	942	973	957.5 Стат. Граббса=1.7 Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274	21.9	1939	1989	1964.0 Стат. Граббса=1.7 Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274	35.4
20	Городній О.П.	Комплект 2	187	207	197.0	14.1	1008	995	1001.5 Стат. Граббса=1.3 Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274	9.2	1972	1925	1948.5	33.2
30	Тлачення Ю.П.	Комплект 2	208	198	203.0	7.1	963	978	970.5	10.6	1915	1957	1936.0 Стат. Граббса=1.4 Кр. значення 1%=2.274 Кр. значення 5%=2.274	29.7

Результати, відмічені * розглядаються як квазі викиди, та будуть враховані в обчисленнях згідно ISO 5727-2

Результати, відмічені ** розглядаються як викиди, та НЕ будуть враховані в обчисленнях згідно ISO 5727-2

Результати:

Температура	Висновок	Посуд	1(195 ppb(μg/kg), u=20)		Середнє	Ст. відх. (SD)	Відн. ст.в ідх. (RSD), %	Відн. ст.в ідх. (RSD), %	2(975 ppb(μg/kg), u=98)		Середнє	Ст. відх. (SD)	Відн. ст.в ідх. (RSD), %	Відн. ст.в ідх. (RSD), %	3(1950 ppb(μg/kg), u=195)		Середнє	Ст. відх. (SD)	Відн. ст.в ідх. (RSD), %	Відн. ст.в ідх. (RSD), %
20	Городній О.П.	Комплек т 1	196	204	200.0	5.7	0.0	2.9	1005	983	994.0	15.6	0.0	1.6	1926	1957	1941.5	21.9	0.0	1.1
30	Городній О.П.	Комплек т 1	189	202	195.5	9.2	0.0	4.7	985	1008	996.5	16.3	0.0	1.6	1921	1976	1948.5	38.9	0.0	2.0
30	Тлачення Ю.П.	Комплек т 1	182	194	188.0	8.5	0.0	4.5	966	992	979.0	18.4	0.0	1.9	1956	1929	1942.5	19.1	0.0	1.0
20	Тлачення Ю.П.	Комплек т 2	207	185	196.0	15.6	0.1	8.0	969	990	979.5	14.8	0.0	1.5	1977	1939	1958.0	26.9	0.0	1.4
30	Городній	Комплек	200	210	205.0	7.1	0.0	3.5	964	1000	982.0	25.5	0.0	2.6	1936	1964	1950.0	19.8	0.0	1.0

SC "AGMINTEST"

Система управління
ДСТУ ISO/IEC 17025:2006
ДП «Агмінтест»

Процедура СУ
МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І
ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ
Пр-14-5.4

Редація 0
Аркуш 6 / 11
Зміна № 0

№	О.П.	τ 2																		
20	Ткаченко Ю.П.	Комплекτ 1	183	197	190.0	9.9	0.1	5.2	942	973	957.5	21.9	0.0	2.3	1939	1989	1964.0	35.4	0.0	1.8
20	Городній О.П.	Комплекτ 2	187	207	197.0	14.1	0.1	7.2	1008	995	1001.5	9.2	0.0	0.9	1972	1925	1948.5	33.2	0.0	1.7
30	Ткаченко Ю.П.	Комплекτ 2	208	198	203.0	7.1	0.0	3.5	963	978	970.5	10.6	0.0	1.1	1915	1957	1936.0	29.7	0.0	1.5
			Загалом для різни(повторювані сть):		196.8	10.2	0.1	5.2	Загалом для різни(повторювані сть):		982.6	17.3	0.0	1.8	Загалом для різни(повторювані сть):		1948.6	29.0	0.0	1.5
			Відтворюваність для різни:		5.9	0.0	3.0	Відтворюваність для різни:		14.5	0.0	1.5	Відтворюваність для різни:		9.1	0.0	0.5			
			Правильність:		Δ	Δlimit	Значиме Δ	Правильність, %	Правильність:		Δ	Δlimit	Значиме Δ	Правильність, %	Правильність:		Δ	Δlimit	Значиме Δ	Правильність, %
					1.8	40.2	Ні	99.1			7.6	196.3	Ні	99.2			-1.4	390.1	Ні	99.9
			Невизначеність з валідаційних даних		u	u, %	U(p=95.4 5, k=2)	U(p=95.4 5, k=2), %	Невизначеність з валідаційних даних		u	u, %	U(p=95.4 5, k=2)	U(p=95.4 5, k=2), %	Невизначеність з валідаційних даних		u	u, %	U(p=95.4 5, k=2)	U(p=95.4 5, k=2), %
					20.5	10.5	41	21			98.6	10.1	197.2	20.2			195.3	10.0	390.6	20

Результати аналізу на критичні фактори(визначення робастності методики):

Рівень(CL)	1(195 ppb(μg/kg))					2(975 ppb(μg/kg))					3(1950 ppb(μg/kg))				
	Тип фактора	Вплив фактора(E)	Відносний вплив фактора(E), %	Критичний вплив	T-статистика	Критичне значення T	Вплив фактора(E)	Відносний вплив фактора(E), %	Критичний вплив	T-статистика	Критичне значення T	Вплив фактора(E)	Відносний вплив фактора(E), %	Критичний вплив	T-статистика
Температура	-2.1	-1.1	9.9	-0.5	2.365	1.1	0.1	24.2	0.1	2.365	8.8	0.5	15.2	1.4	2.365
Висомавець	5.1	2.6	9.9	1.2	2.365	21.9	2.2	24.2	2.1	2.365	-3.0	-0.2	15.2	-0.5	2.365
Посуд	-6.9	-3.5	9.9	-1.7	2.365	-1.6	-0.2	24.2	-0.2	2.365	1.0	0.1	15.2	0.2	2.365

Загальні результати:

Показник	Значення
Коефіцієнт кореляції(r)	1.0
a(y=ax+b)	1.0
b(y=ax+b)	4.9
Стандартне відхилення лінійної апроксимації(SDл)	18.1
a(y=ax ² +bx+c)	0.0
b(y=ax ² +bx+c)	1.0
c(y=ax ² +bx+c)	-1.4
Стандартне відхилення квадратичної апроксимації(SDкв)	17.8
Значення статистики Фішера(F)	1.0

SC "AGMINTEST"

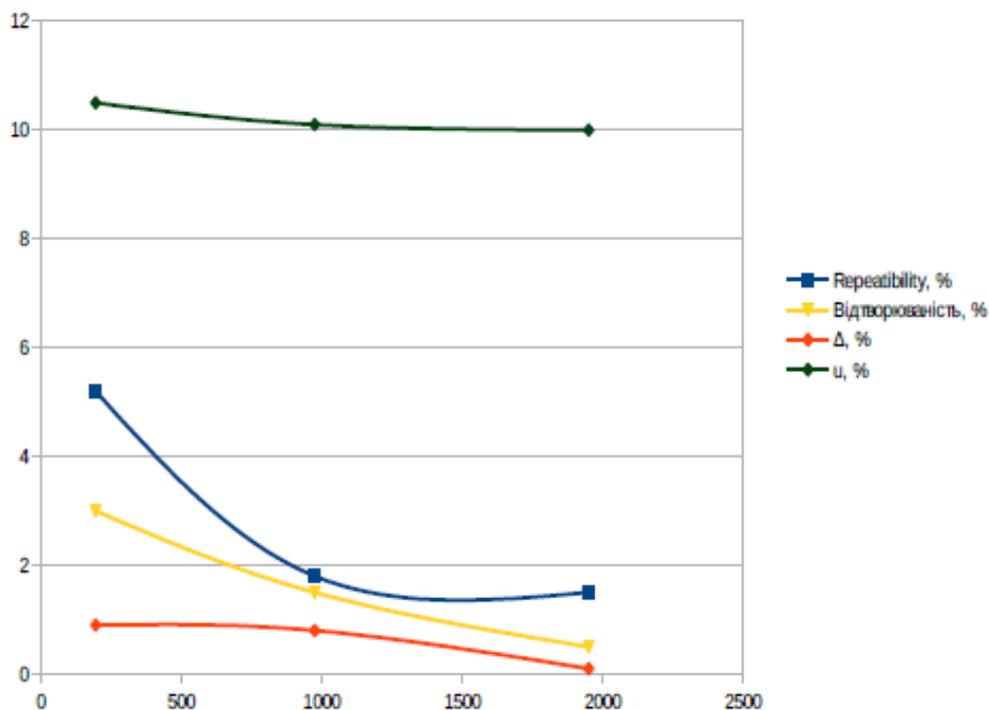
Система управління
ДСТУ ISO/IEC 17025:2006
ДП «Агмінтест»

Процедура СУ
МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І
ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ
Пр-14-5.4

Редакція	0
Аркуш	8 / 11
Зміна №	0

Тест на лінійність, $r=0.95$	Примітка
Загальна правильність, %	99.4
Загальна відносна повторюваність (RSDповт), %	0.1
Загальна відносна відтворюваність (RSDвідт), %	0.0
Загальна відносна повторюваність (RSDповт), %	3.3
Загальна відносна відтворюваність (RSDвідт), %	2.0
Межа детектування LOD($p=0.95$)	74.7
Межа визначення LOQ($p=0.99$)	100.3

Залежність відносної повторюваності, відтворюваності, правильності та стандартної невизначеності від рівнів(конц)



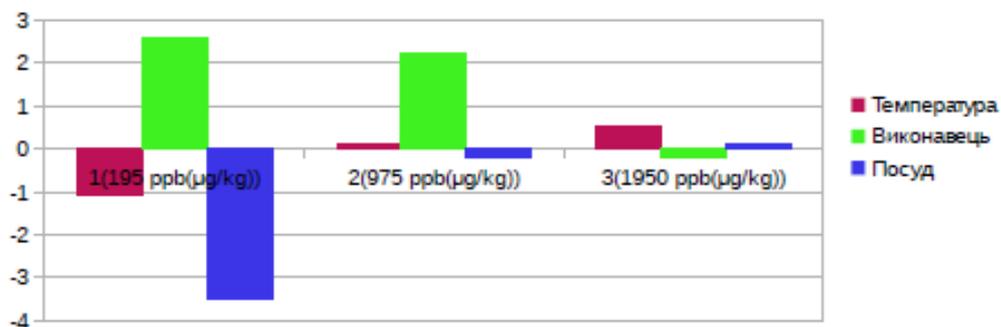
SC "AGMINTEST"

Система управління
ДСТУ ISO/IEC 17025:2006
ДП «Агмінтест»

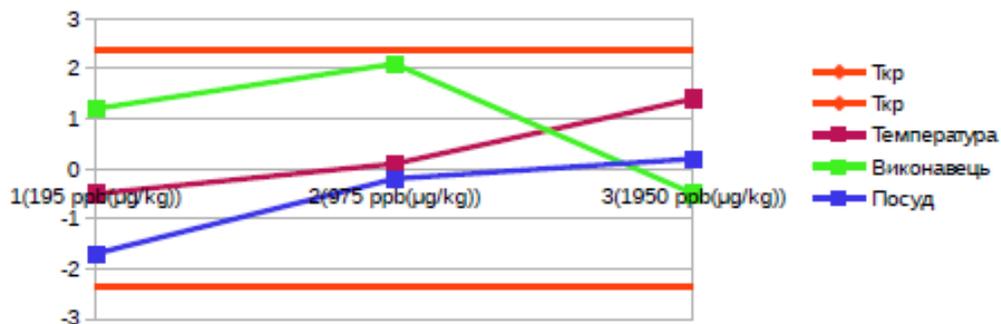
Процедура СУ
**МЕТОДИ ВИПРОБУВАННЯ І
ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДІВ**
Пр-14-5.4

Редакція	0
Архив	9 / 11
Зміна №	0

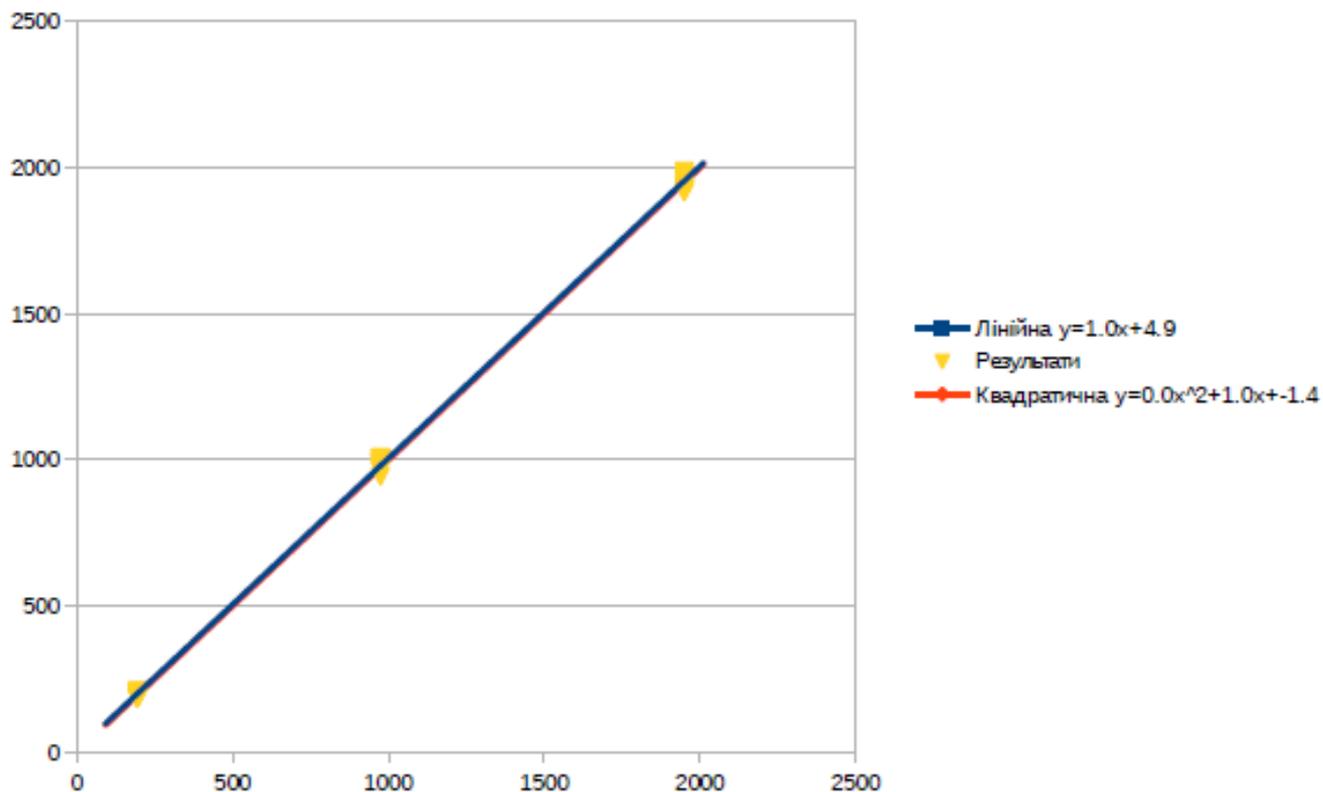
Відносні впливи факторів на рівнях

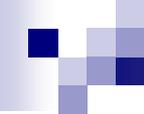


Впливи факторів через T-коефіцієнти з критичним значенням на рівнях



Лінійна та квадратична апроксимації





Благодарю Вас за внимание!