

ПАРАМЕТРЫ И КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ПРИГОДНОСТИ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ

Бурабаев Тимур Базарбекович

магистрант, Евразийский национальный университет, Республика Казахстан, г. Астана

Камешева Салтанат Газизовна

магистрант, Евразийский национальный университет, Республика Казахстан, г. Астана

Бектурганова Гюльмира Каировна

научный руководитель, канд. хим. наук, и.о. доцента, Евразийский национальный университет, Республика Казахстан, г. Астана

Валидация и верификация методик является одним из требований органов по аккредитации к испытательным, калибровочным и поверочным лабораториям.

Виды испытаний для оценки пригодности аналитических методик:

- на подлинность методики;
- на количественное определение примесей;
- на определение предельного содержания примесей;
- на определение основного вещества или активной части молекулы в образце.

Виды аналитических испытаний:

1. Испытания на идентификацию. Смысл таких испытаний состоит в сравнении характеристик (электропроводности, pH, светопоглощения и т.д.) исследуемого и стандартного образцов (либо эталона или меры).
2. Испытания на примеси (количественное содержание и предельное содержание в пробе).
3. Методики количественного анализа (определение содержания какого-либо вещества в пробе).

Примеры валидационных характеристик, подлежащие оценке:

- 1) правильность;
- 2) прецизионность;
- 3) повторяемость;
- 4) промежуточная или внутрилабораторная прецизионность;
- 5) специфичность;
- 6) предел обнаружения;

7) линейность.

1. Аналитическая методика должна содержать подробное описание поэтапных действий по выполнению аналитического испытания, в том числе подробное описание подготовки испытуемого объекта, стандартных образцов, реагентов, средств измерений и вспомогательного оборудования, градуировки и настройки приборов, обработки результатов и т.д.

2. Специфичность (избирательность) методики – это свойство однозначно находить качественно и (или) количественно искомое вещество вне зависимости от сопутствующих веществ, примесей, продуктов разложения, деградации, матрицы вещества, среды и т.д.). Иногда, когда специфичность методики недостаточна, применяют несколько методик.

3. Правильность аналитической методики характеризует степень близости полученного значения приписанному (истинному, эталонному, опорному).

4. Прецизионность характеризует степень разброса результатов измерений или определений. Прецизионность может определяться на трех уровнях: повторяемость, промежуточная прецизионность и воспроизводимость. Основное правило определения прецизионности – применение достаточно однородных образцов, либо, в их отсутствие – использование модельных образцов. Разброс результатов может быть выражен как стандартное отклонение, дисперсия значений или коэффициент вариации серии измерений.

4.1. Повторяемость – это прецизионность методики при условии выполнения измерений одним специалистом с использованием одних и тех же СИ и оборудования и реагентов.

4.2. Промежуточная (внутрилабораторная) прецизионность – это прецизионность результатов, полученных в одной лаборатории, но в разные дни, разными специалистами, на разном СИ, на разных партиях реагентов и проч.

4.3. Воспроизводимость – это прецизионность результатов различных лабораторий (межлабораторные сличения).

5. Предел обнаружения – это наименьшее количество определяемого вещества в пробе, которое можно обнаружить с помощью данной методики. При этом не имеет значения, с какой точностью это вещество может быть определено.

8. Линейность аналитической методики выражается в линейной зависимости (прямо пропорционально) выходного сигнала или например, результата измерения от эталонного (истинного, приписанного, аттестованного) значения.

Еще одно важное свойство аналитической методики – это робастность. Робастность характеризует устойчивость методики к небольшим изменениям в условиях выполнения измерений. Свойство робастности обеспечивает надежность методики при использовании ее в обычных условиях.

Методология оценки пригодности

Основная цель валидации аналитической методики состоит в оценке пригодности методики для конкретных целей.

При валидации необходимо применять надежные стандартные образцы, с достаточной и документально подтвержденной степенью чистоты, однородные и стабильные.

Оценка пригодности системы является неотъемлемой частью многих аналитических методик. Эти испытания основаны на концепции, что оборудование, электронная техника, аналитические операции и анализируемые образцы составляют целостную систему и требуют оценки в качестве таковой. Критерии пригодности системы должны быть установлены для конкретной методики и зависят от типа валидируемой аналитической методики.

Валидация или оценка пригодности методик калибровки

Оценка пригодности методик калибровки аналогична валидации аналитических методик. Здесь также можно выделить два основных подхода: внутрилабораторный и межлабораторный.

При оценке пригодности методик калибровки необходимо убедиться в достоверности показаний средств измерений и эталонов, обеспечении их калибровкой и прослеживаемостью, в достаточной точности эталонов и стандартных образцов. Также необходимо убедиться, что получаемые значения измеряемых величин имеют достаточную точность, определяемую систематическим смещением и неопределенностью измерений.

Следовательно, при валидации методики калибровки необходимо сравнить полученные результаты и неопределенность измерений с допустимыми значениями (т.н. целевой неопределенностью) и оценить величину систематического смещения измеряемых величин.

Целевая неопределенность измерений – это неопределенность измерений, заранее установленная, как верхний предел и принятая, исходя из предполагаемого использования результатов измерений.

Источниками целевой неопределенности могут быть:

- требования заказчика,
- требования, указанные в нормативных документах к продукции,
- наилучшие возможности лаборатории, указанные в ее области аккредитации,
- границы максимально допустимой погрешности.

Исходя из ГОСТ 17025 целевую неопределенность должен задавать заказчик.

Методы определения эффективности методики калибровки

Обеспечение надежности результата требует знаний, опыта, профессиональной честности.

При отрицательных результатах оценки пригодности в отчете указывают, что следует провести дополнительные исследования и анализ полученных результатов с целью уточнений метода и указать срок повторной оценки пригодности.

Случаи отрицательных результатов:

- выявлено отсутствие специфичности и линейности;
- выявлено несоответствие показателей точности требованиям НПА.

Список литературы:

1. СТ РК ISO 14065-2022 «Общие принципы и требования к органам по валидации и верификации информации об окружающей среде».
2. ГОСТ Р ISO 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6.
3. Эпштейн Н. А. Валидация аналитических методик: графические и расчетные критерии для оценки линейности методик на практике // Разработка и регистрация лекарственных средств. 2019 - Т. 8 - № 2 - С - 122-130.

4. Турковский Г.С., Иванов Г.А., Маммедова Д., Иванова А.И., Эмануэль А.В. Валидация и верификация метода: цели и средства их достижения // Лабораторная служба. 2014 - № 3(4) - С. 3 17.