

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-2-II-77-80>

ВАЛИДАЦИЯ И ВЕРИФИКАЦИЯ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ: МНЕНИЯ И ВЗГЛЯДЫ

© Елена Владимировна Голубкова*, Ирина Геннадьевна Комина,
Елена Ивановна Чиканцева

ЗАО «Институт стандартных образцов», Россия, 620057, г. Екатеринбург, Ульяновская ул., д. 13-а;

*e-mail: metrolog@icrm-ekb.ru

*Статья поступила 6 декабря 2022 г. Поступила после доработки 14 декабря 2022 г.
Принята к публикации 28 декабря 2022 г.*

Проведен краткий сравнительный анализ понятий и процедур «валидации» и «верификации», появившихся в национальной нормативной базе применительно к методикам измерений в связи с введением ГОСТ ISO/IEC 17025–2019, устанавливающего требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. В соответствии с рядом нормативных документов определены условия применения конкретной методики в аналитической лаборатории для получения достоверных результатов анализа: валидации подлежат нестандартные, разработанные данной лабораторией, и стандартные, но используемые вне области применения или каким-либо образом модифицированные методики; для стандартных, валидированных другой лабораторией, а также разработанных другой лабораторией и аттестованных уполномоченной организацией методик необходима верификация.

Ключевые слова: разработка; валидация и верификация; аттестация методик измерений.

VALIDATION AND VERIFICATION OF MEASUREMENT METHODS: OPINIONS AND VIEWS

© Elena V. Golubkova*, Irina G. Komina, Elena I. Chikantseva

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM), 13-a, Ul'yanovskaya ul., Yekaterinburg, 620057, Russia;

*e-mail: metrolog@icrm-ekb.ru

Received December 6, 2022. Revised December 14, 2022. Accepted December 28, 2022.

A brief comparative analysis of the concepts and procedures of “validation” and “verification” appeared in the national regulatory framework in relation to measurement techniques over the introduction of GOST ISO/IEC 17025–2019 which set the requirements for the competence of testing and calibration laboratories is carried out. Conditions for using a specific technique in an analytical laboratory providing reliable results of analyses are formulated proceeding from the regulatory documents: non-standard methods developed by a given laboratory and standard methods but used outside the scope or somehow modified, are the subject to validation; standard methods validated by another laboratory, as well as the methods developed by another laboratory and certified by an authorized organization are to be verified.

Keywords: development; validation and verification; certification of measurement methods.

Два последних десятилетия понятия «валидация» и «верификация» методик измерений достаточно широко используют за рубежом в различных отраслях, а в нашей стране по большей части в фармакологии. Как отмечает Г. Р. Нежиховский [1], в лабораториях, анализирующих лекарственные препараты, валидация методик стала в последние годы обыденной процедурой. Аналогичная картина наблюдается и в информационных технологиях [2].

Появление этих понятий в национальной нормативной базе было связано с необходи-

мостью внедрения на отечественных предприятиях стандартов семейства ISO 9000. Введение их в нормативные и методические документы, регламентирующие контроль качества результатов количественного химического анализа, явилось следствием перевода международного стандарта ISO/IEC 17025:1999 [3], установившего требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

Соответствующие определения рассматриваемых понятий дает Международный словарь по метрологии VIM [4].



Применение процедур верификации и валидации в зависимости от используемых методик

Application of verification and validation procedures depending on the methods used

«Верификация — предоставление объективных свидетельств того, что данный объект полностью удовлетворяет установленным требованиям». В соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 [5] применительно к методикам измерений верификация является подтверждением того, что может быть достигнута целевая неопределенность измерений.

«Валидация — верификация, при которой установленные требования связаны с предполагаемым использованием». В этом случае ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 [5] приводит такой пример: методика измерений, обычно используемая для определения азота в воде, может быть валидирована также для определения азота в сыворотке крови человека.

ГОСТ Р ИСО 9000–2015 [6] определяет эти понятия несколько по-иному, хотя отличия не носят принципиального характера и вызваны, по-видимому, тонкостями перевода:

«Верификация — подтверждение посредством представления объективных свидетельств того, что установленные требования были выполнены»;

«валидация — подтверждение посредством представления объективных свидетельств того, что требования, предназначенные для конкретного использования или применения, выполнены».

Эти определения совпадают в значительной части, и тем не менее, верификация и валидация — принципиально разные действия.

Уже перевод с английского этих терминов дает определенную пищу для понимания разницы: verification — проверка, validation — придание законной силы.

Таким образом, применительно к методикам измерений следует, что верификации подлежат методики измерений с уже установленными характеристиками, т.е. стандартизованные либо валидированные, цель этой процедуры — доказательство того, что методика реализуется в лаборатории согласно установленным требованиям, тогда как при валидации их только предстоит установить [7 – 9].

Наглядную схему процедур верификации и валидации (рисунок) в зависимости от используемых методик приводит в своей статье эксперт ААЦ «Аналитика» Е. В. Мурашова [10].

Стандартом [5], регламентирующим требования к компетентности испытательных лабораторий, установлено, что основной задачей лаборатории является получение достоверных результатов измерений. Для выполнения этого условия нестандартные, разрабатываемые лабораторией и стандартные методики измерений, используемые за пределами их области применения или каким-либо иным образом модифицированные, должны быть валидированы, а применяемые стандартные или валидированные другой лабораторией, а также разработанные другой лабораторией и аттестованные уполномоченной организацией подлежат верификации.

Стандартный метод измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 [11] — это письменный документ, устанавливающий во всех подробностях ход выполнения измерений, способ вычисления и представления результата испытаний и предпочтительно включающий в себя описание процедур получения и подготовки образцов для анализа (в отечественных документах также применяется термин «стандартизованный»).

К сожалению, к «стандартным методикам» все методики, регламентированные международными, межгосударственными или национальными стандартами, отнести нельзя, так как в ряде международных стандартов могут отсутствовать, например, диапазон измерений и метрологические характеристики и (или) некоторые необходимые разделы процедуры или характеристики для отнесения данных методик к стандартным.

Наряду с международными и национальными стандартами в лабораториях нашей страны довольно много методик, разработанных ведомственными или частными организациями, и от-

несение таких методик к стандартным требует индивидуального подхода.

Принято считать, что валидация очень тесно связана с разработкой методик. Действительно, многие параметры методик, определяемые при валидации, обычно оценивают, хотя бы приблизительно, в ходе ее разработки. Тем не менее, валидации подлежит только полностью разработанная методика.

Как правило, валидацию проводит разработчик методики измерений либо компетентная сторонняя организация по его поручению. Критерии валидации определяют исходя из требований заказчика с учетом области применения, целей и ограничений. Выбор и количество параметров валидации в каждом случае определяют индивидуально.

ГОСТ ISO/IEC 17025–2019 содержит требование проводить валидацию в обязательном порядке, но указания относительно того, что, где и когда валидировать, либо носят слишком общий характер, либо совсем отсутствуют. Анализ имеющихся в отечественной периодической печати публикаций на эту тему показывает, что валидация является сложным, дорогостоящим и длительным процессом. Очевидно, что размер временных и финансовых затрат на валидацию должен быть оправданным и определяться объективными критериями.

Предусмотренные в общем случае этапы валидации методик измерений описаны в рекомендации [12].

Следует отметить, что валидированные методики, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений (ОЕИ), подлежат аттестации в обязательном порядке [13]. Прочие методики измерений аттестуются в добровольном порядке [14, 15].

Применению в конкретной лаборатории стандартизированной или аттестованной методики, разработчиком которой лаборатория не является, должна предшествовать процедура ее верификации (внедрения).

Верификацию методик проводят специалисты лаборатории, планирующей ее применять. Общие требования к верификации методик количественного химического анализа описаны в рекомендации [16], указанной в схеме аккредитации в национальной системе аккредитации [17] для руководства испытательной лаборатории.

Лаборатории должны самостоятельно установить и прописать в своих документах менеджмента качества процедуры проведения и представления результатов валидации и верификации. Оформленные по результатам валидации документы должны содержать выводы о пригодности (или непригодности) методики измерений

для конкретного целевого назначения, по результатам верификации — выводы о соответствии (несоответствии) установленным требованиям.

Таким образом, верификация методик проводится практически всегда, однако методики, прошедшие в лаборатории процедуру валидации, верификации не требуют.

Валидацию проводят только при необходимости, т.е. тогда, когда возникают требования, связанные с конкретным применением продукции.

Если методика измерений аттестована на основе данных, полученных лабораторией, в которой она применяется, валидировать текущую методику нет необходимости.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Нежиховский Г. Р.** Валидация, верификация и аттестация методик / Контроль качества продукции. 2016. № 9. С. 17–21.
2. ГОСТ Р ИСО/МЭК 12207–2010. Информационная технология. Системная и программная инженерия. Процессы жизненного цикла программных средств. — М.: Стандартинформ, 2011. — 99 с.
3. ISO/IEC 17025:1999. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. <https://www.iso.org/standard/30239.html> (дата обращения 6 декабря 2022).
4. ISO/IEC GUIDE 99:2007. International vocabulary of metrology Basic and general concepts and associated terms (VIM). <https://www.iso.org/standard/45324.html> (дата обращения 6 декабря 2022).
5. ГОСТ ISO/IEC 17025–2019. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2021. — 25 с.
6. ГОСТ Р ИСО 9000–2015. Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь. — М.: Стандартинформ, 2019. — 48 с.
7. Валидация аналитических методик. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях / Пер. с англ. под ред. Г. Р. Нижеховского, Р. Л. Кадиса. — СПб: ЦОП «Профессия», 2016. — 312 с.
8. Руководство Eurachem «Пригодность аналитических методов для конкретного применения. Руководство для лабораторий по валидации методов и смежным вопросам» / Под ред. Б. Магнуссона и У. Эрнемарка. — Киев: ООО «Юрка Любченка», 2016. — 96 с.
9. **Турковский Г. С., Иванов Г. А., Маммедова Д. и др.** Валидация и верификация метода: цель и средства их достижения / Лабораторная служба. 2010. № 4. С. 3–17.
10. **Мурашова Е. В.** Верификация методик и ее отличие от валидации / Контроль качества продукции. 2020. № 9. С. 8–13.
11. ГОСТ Р ИСО 5725–(1–6)–2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1–6. — М.: Госстандарт России, 2002.
12. Рекомендации по метрологии Р 50.2.090–2013. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Общие требования к разработке, аттестации и применению. — М.: Стандартинформ, 2014. — 17 с.
13. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ (ред. от 28.12.2021) «Об обеспечении единства измерений».
14. ГОСТ Р 8.563–2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений. — М.: Стандартинформ, 2010. — 15 с.
15. Приказ Минпромторга России от 15 декабря 2015 № 4091 «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик

(методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения».

16. Рекомендации по метрологии Р 50.2.060–2008. Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям. — М.: Стандартинформ, 2009. — 11 с.
17. СМ № 03.1-9.0013. Схема аккредитации испытательных лабораторий (центров) в национальной системе аккредитации. <https://fsa.gov.ru/documents/15069> (дата обращения 6 декабря 2022).

REFERENCES

1. **Nezhikhovskiy G. R.** Validation, verification and methods certification / *Kontrol' Kach. Prod.* 2016. N 9. P 17 – 21 [in Russian].
2. GOST R ISO/IEC 12207–2010. Information technology. System and software engineering. Software life cycle processes. — Moscow: Standartinform, 2011. — 99 p. [in Russian].
3. ISO/IEC 17025:1999. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. <https://www.iso.org/standard/30239.html> (accessed December 6, 2022).
4. ISO/IEC GUIDE 99:2007. International vocabulary of metrology Basic and general concepts and associated terms (VIM). <https://www.iso.org/standard/45324.html> (accessed December 6, 2022).
5. GOST ISO/IEC 17025–2019. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. — Moscow: Standartinform, 2021. — 25 p. [in Russian].
6. GOST R ISO 9000–2015. Quality management systems. Fundamentals and vocabulary. — Moscow: Standartinform, 2019. — 48 p. [in Russian].
7. Analytical methods validation. Quantitative description of uncertainty in analytical measurements / G. R. Nizhekhovskiy, R. L. Cadiz (eds.). — St. Petersburg: TsOP “Professiya”, 2016. — 312 p. [in Russian].
8. **Magnusson B., Örnemark U.** (eds.). Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_EN.pdf (accessed December 5, 2022).
9. **Turkovskiy G. S., Ivanov G. A., Mammedova D., et al.** Validation and verification of method: purposes and means for its achievement / *Lab. Sluzhba.* 2010. N 4. P 3 – 17 [in Russian].
10. **Murashova E. V.** Verification methods and its difference from validation / *Kontrol' Kach.* 2020. N 9. P 8 – 13 [in Russian].
11. GOST R ISO 5725-(1 – 6)–2002. Accuracy (correctness and precision) of measurement methods and results. Parts 1 – 6. — Moscow: Gosstandart Rossii, 2002 [in Russian].
12. Recommendations on metrology R 50.2.090–2013. State system for ensuring the uniformity of measurements. Quantitative chemical analysis procedures. General requirements for development, certification and application. — Moscow: Standartinform, 2014. — 17 p. [in Russian].
13. Federal Law N 102-FZ of June 26, 2008 (as amended on December 28, 2021) “On Ensuring the Uniformity of Measurements”.
14. GOST R 8.563–2009. State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements. — Moscow: Standartinform, 2010. — 15 p. [in Russian].
15. Order of the Ministry of Industry and Trade of Russia dated December 15, 2015 N 4091 “On Approval of the Procedure for Certification of Primary Reference Methods (Methods) of Measurements, Reference Methods (Methods) of Measurements and Methods (Methods) of Measurements and Their Application”.
16. Recommendations on metrology R 50.2.060–2008. State system for ensuring the uniformity of measurements. Implementation of standardized methods for quantitative chemical analysis in the laboratory. Confirmation of compliance with established requirements. — Moscow: Standartinform, 2009. — 11 p. [in Russian].
17. СМ N 03.1-9.0013. Scheme of testing laboratories (centers) accreditation in the national accreditation system [in Russian]. <https://fsa.gov.ru/documents/15069> (accessed December 6, 2022).