

ПРИЛОЖЕНИЕ

к Рекомендации Коллегии
Евразийской экономической комиссии
от 20 г. №

ОБЩИЕ ПОДХОДЫ

**по проведению валидации методик исследований (испытаний)
и измерений, необходимых для применения и исполнения
требований технического регламента Евразийского экономического
союза и осуществления оценки соответствия объектов технического
регулирувания**

I. Общие положения

1. В перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия – национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Евразийского экономического союза (далее соответственно – технический регламент, Союз) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (далее – перечень стандартов, содержащий правила и методы), могут включаться методики исследований (испытаний) и измерений аттестованные (валидированные) с учетом общих подходов, определенных настоящим документом.

2. Настоящий документ рекомендован к использованию в аккредитованных испытательных лабораториях (центрах) государства–члена Союза (далее соответственно – испытательная лаборатория, государство-член) и иных заинтересованных органах и организациях,

выполняющих работы по оценке соответствия продукции требованиям технических регламентов, и аккредитации в государствах-членах.

3. Настоящий документ устанавливает общие подходы к проведению валидации методики исследований (испытаний) и измерений.

При наличии в методиках исследований (испытаний) и измерений процедур отбора образцов (проб) продукции, вносящих вклад в неопределенность измерений, данные процедуры должны быть охвачены валидацией.

II. Термины и определения

4. Для целей настоящего документа используются понятия, которые означают следующее:

«валидация методики исследований (испытаний) и измерений» – процедура подтверждения посредством лабораторного эксперимента с представлением объективного доказательства того, что требования методики исследований (испытаний) и измерений выполняются для её применения по назначению;

«валидационные характеристики» – характеристики методики исследований (испытаний) и измерений, подтверждаемые в процессе валидации методики исследований (испытаний) и измерений, определяемые возможностями лаборатории и спецификой применения метода в испытательной лаборатории;

«повторная валидация» – лабораторный эксперимент, выполняемый испытательной лабораторией на котором подтверждают соответствие выбранных для проведения процедуры валидации характеристик методики исследований (испытаний) и измерений решаемой задаче;

«модифицируемая стандартизованная методика исследований (испытаний) и измерений» – стандартизованная методика исследований (испытаний) и измерений, для которой возникла необходимость уточнения или изменения указанных в ней условий, и (или) порядка выполнения исследований (испытаний) и (или) измерений, и (или) области применения;

«неопределенность измерений» – параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений, которые могли бы быть обоснованно приписаны измеряемой величине;

«нестандартизованная методика исследований (испытаний) и измерений» – неаттестованная и (или) неутвержденная в соответствии с законодательством государства-члена методика исследований (испытаний) и измерений, в том числе методика выполнения измерений (МВИ), методические указания (МУ, МУК), методика измерений (МИ) и иные, не содержащая установленных валидационных характеристик для целевого назначения испытательной лаборатории или один или несколько разделов: область применения, процедуры отбора и подготовки образцов (проб) для исследований (испытаний) и измерений, способ вычисления и представления результата исследований (испытаний) и измерений;

«первичная валидация» – лабораторный эксперимент, выполняемый как правило разработчиком методики исследований (испытаний) и измерений, или иной организацией по его поручению;

«сравнительная валидация» – лабораторный эксперимент, направленный на демонстрацию производительности между двумя или более методиками исследований (испытаний) и измерений путем сравнения валидационных характеристик этих методик;

«стандартизированная методика исследований (испытаний) и измерений» – методика исследований (испытаний) и измерений, аттестованная и утвержденная в соответствии с законодательством государства-члена.

Методики исследований (испытаний) и измерений, описанные в статьях, монографиях, справочниках, не могут быть рассмотрены в качестве стандартизированных;

«воспроизводимость» – степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных испытательных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования;

«диапазон измерений» – интервал между верхней и нижней границами измеряемых характеристик для которого было продемонстрировано, что методика обеспечивает заявленные показатели точности;

«линейность» – диапазон измерений в пределах которого, зависимость концентрации от измеряемого сигнала измерительной системы определяется линейной функцией;

«избирательность (селективность / специфичность)» – возможность определять или обнаруживать искомый компонент в присутствии других сопутствующих компонентов. При этом селективность и специфичность не являются синонимами для микробиологических методов исследований;

«качественный метод исследований (испытаний)» – метод испытаний (исследований), результаты которого выражены как описание какого-либо признака (свойства), наличие или отсутствие чего-либо в

составе испытываемого объекта или как соответствие (несоответствие) определенных качественных свойств.

«количественный метод исследований (испытаний)» – метод испытаний, при проведении которого, выполняются какие-либо измерения, и результаты которого выражены количественно;

«критерии приемлемости» – критерии, выполнение которых демонстрирует, что валидационные характеристики методики (процедуры) исследований (испытаний) и измерений пригодны для ее целевого назначения;

«предел обнаружения» – минимальное количество анализируемого компонента, которое может быть обнаружено с применением данной методики;

«предел количественного определения» – минимальное количество анализируемого компонента, которое может быть измерено с установленными показателями точности;

«правильность» – степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений, к принятому опорному значению;

ⁱ«прецизионность (повторяемость)» – степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний (исследований), в одной и той же испытательной лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени;

«смещение» – оценка систематической погрешности измерения;

«стабильность» – стабильность определяемого компонента в данной матрице при определенных условиях для заданных интервалов времени;

«устойчивость (робастность)» – степень независимости методики исследований (испытаний) от незначительных отклонений в экспериментальных условиях;

«чувствительность измерительной системы» – коэффициент изменения индикации измерительной системы и соответствующего изменения значения измеряемой величины (коэффициент наклона калибровочной кривой).

Иные понятия, используемые в настоящем документе, применяются в значениях, определенных Протоколом о техническом регулировании в рамках Евразийского экономического союза (приложение № 9 к Договору о Евразийском экономическом союзе от 29 мая 2014 года (далее – Договор)), Протоколом о проведении согласованной политики в области обеспечения единства измерений (приложение № 10 к Договору) и Протоколом о признании результатов работ по аккредитации органов по оценке соответствия (приложение № 11 к Договору).

III. Общие подходы к проведению валидации методики исследований (испытаний) и измерений

5. Валидация методики исследований (испытаний) и измерений, как правило, проводится ее разработчиком – первичная валидация.

Первичная валидация не проводится в отношении методики исследований (испытаний) и измерений, аттестованной в данной испытательной лаборатории, а также качественной методики исследований (испытаний).

6. Испытательная лаборатория по мере производственной необходимости и в любой момент своей деятельности проводит

повторную валидацию следующих методик исследований (испытаний) и измерений:

а) методики исследований (испытаний) и измерений в случае необходимости изменения или дополнения условий ее проведения (дополнение методики исследований (испытаний) и измерений объектом испытаний, при частичной или полной замене оборудования или реактивов, указанных в методике исследований (испытаний) и измерений, изменении отбора образцов (проб) методики исследований (испытаний) и измерений, при изменении калибровки оборудования или его перемещении, в том числе при переезде испытательной лаборатории и иные);

б) нестандартизированной методики исследований (испытаний) и измерений, включаемой в область аккредитации испытательной лаборатории;

в) модифицируемой стандартизированной методики исследований (испытаний) и измерений, в том числе по запросу заказчика лабораторных исследований (испытаний) и измерений;

г) методики исследований (испытаний) и измерений, разработанной собственными силами испытательной лаборатории;

д) методики исследований (испытаний) и измерений первичная валидация которой не проводилась.

7. Испытательная лаборатория проводит и оформляет согласно документам системы менеджмента верификацию стандартизированной методики исследований (испытаний) и измерений перед ее внедрением в деятельность (включением ее в область аккредитации);

8. Испытательная лаборатория может проводить сравнительную валидацию, которая применяется к методикам исследований (испытаний) и измерений для одного и того же показателя и направлена

на демонстрацию их эквивалентной пригодности для поставленных целей, путем сравнения валидационных характеристик в лабораторном эксперименте.

Сравнение может быть проведено только для методик исследований (испытаний) и измерений, обеспечивающих сопоставимые валидационные характеристики, или при сравнении альтернативной методики исследований (испытаний) и измерений с более точной (референтной).

9. Процедура валидации (лабораторный эксперимент) методики исследований (испытаний) измерений проводится по программе, которая разрабатывается и осуществляется испытательной лабораторией с учетом следующих этапов:

а) определение целей и аналитической задачи валидации методики исследований (испытаний) и измерений;

б) определение из числа сотрудников испытательной лаборатории лиц, ответственных за проведение конкретных этапов работы в соответствии с их компетентностью;

в) определение валидационных характеристик методики исследований (испытаний) и измерений;

г) отбор образцов (проб) для валидации методики исследований (испытаний) и измерений;

д) проведение лабораторного (валидационного) эксперимента;

е) оформление результатов валидации методики исследований (испытаний) и измерений;

ж) оформление выводов о приемлемости валидационных характеристик предъявляемым к ним требованиям;

з) оформление заключения о пригодности методики исследований (испытаний) и измерений целям ее применения.

10. Испытательная лаборатория должна сохранять записи о валидации методики исследований (испытаний) и измерений:

а) алгоритм проведенной валидации методики исследований (испытаний) и измерений;

б) перечень требований к валидации, включая информацию о перечне критериев, предъявляемых к характеристикам, и заключение о соответствии характеристик этим критериям, объекте исследований (испытаний) и измерений, условиях выполнения методики исследований (испытаний) и измерений, реактивах, посуде, средствах измерений, вспомогательного и испытательного оборудования, стандартных образцах;

в) описание проведения лабораторного (валидационного) эксперимента по каждой валидационной характеристике методики исследований (испытаний) и измерений;

г) заключение о пригодности методики исследований (испытаний) и измерений с описанием соответствия ее валидационных характеристик в отношении предполагаемой области использования.

11. Для выполнения валидации методики исследований (испытаний) и измерений из числа персонала испытательной лаборатории назначаются сотрудники, ответственные за проведение конкретных этапов процедуры валидации методики исследований (испытаний) и измерений в соответствии с их компетентностью.

12. Рекомендуется уполномочить одного сотрудника на осуществление общего руководства работ по валидации методики исследований (испытаний) и измерений – руководителя рабочей группы.

13. Руководитель рабочей группы распределяет этапы процедуры (лабораторного эксперимента) валидации методики исследований (испытаний) и измерений, указанные в пункте 9 настоящего документа,

между ответственными за проведение процедуры (лабораторного эксперимента) валидации сотрудниками испытательной лаборатории, исходя из их функциональных и должностных обязанностей.

14. В случае необходимости, возникшей в ходе работ по лабораторному (валидационному) эксперименту допускается замена сотрудников испытательной лаборатории, ответственных за конкретные этапы.

15. Рекомендуется включать в состав ответственных за проведение валидации методики исследований (испытаний) и измерений сотрудников испытательной лаборатории, имеющих специальное образование, включая:

- технические (теоретические и практические) знания в области валидации методик исследований (испытаний) и измерений соответствующего типа методики исследований (испытаний) и измерений;

- понимание предполагаемого использования методики исследований (испытаний) и измерений;

- знание метода исследований (испытаний) и измерений.

16. Отбор и подготовка образцов (проб) для валидации методики исследований (испытаний) и измерений осуществляется ответственным сотрудником испытательной лаборатории согласно условиям валидируемой методики исследований (испытаний) и измерений и (или) документам системы менеджмента испытательной лаборатории.

17. Лабораторный (валидационный) эксперимент проводится согласно документам системы менеджмента, внедренным в работу испытательной лаборатории для каждой запланированной для валидации методики исследований (испытаний) и измерений.

По усмотрению руководителя рабочей группы лабораторный (валидационный) эксперимент может быть выполнен методом «межлабораторного эксперимента», включающего не менее шести участников, или методом «валидации в одной лаборатории».

18. В зависимости от поставленной задачи, предполагаемой области и условий применения методики исследований (испытаний) и измерений для проведения валидации выбираются основные валидационные характеристики методики исследований (испытаний) и измерений, используемые для определения ее пригодности к применению по назначению:

- диапазон измерений;
- неопределенность результатов измерений;
- показатели точности измерений (правильность и прецизионность);
- прецизионность (повторяемость, промежуточная прецизионность, внутрилабораторная воспроизводимость);
- воспроизводимость;
- правильность (смещение), степень извлечения (при необходимости);
- предел обнаружения (аналитическая чувствительность) (для микробиологических, паразитологических, вирусологических, серологических методов исследований (испытаний));
- предел количественного определения (;
- избирательность (селективность, специфичность);
- линейность;
- устойчивость (робастность);
- чувствительность измерительной системы;
- стабильность;

- другие показатели, обеспечиваемые методикой исследований (испытаний) и измерений и требуемые для валидации методики (при необходимости).

Смещение, правильность, предел количественного определения, линейность, диапазон измерений применимы только для количественных методов исследований (испытаний) и измерений.

19. Выбранные для валидации методики исследований (испытаний) и измерений валидационные характеристики следует определять и оценивать, руководствуясь соответствующими межгосударственными стандартами, разработанными на основе международных стандартов, международными и национальными документами по валидации (по выбору руководителя рабочей группы).

20. По итогам проведения валидации методики исследований (испытаний) и измерений оформляется отчет, содержащий вывод (заключение) о её пригодности для целевого назначения, форма которого устанавливается в документах системы менеджмента испытательной лаборатории.

21. Результат валидации методики исследований (испытаний) и измерений признается положительным при соответствии всех валидационных характеристик установленным для них критериям приемлемости.

22. Результат валидации методики исследований (испытаний) и измерений признаётся отрицательным в случае несоответствия одного или нескольких валидационных характеристик установленным для них критериям приемлемости.

23. Несоответствие валидационной характеристики установленному для нее критерию может быть обусловлено следующими причинами:

- применение некачественных стандартных или иных применяемых при проведении валидации методики исследований (испытаний) и измерений образцов;

- некорректная работа оборудования;

- непригодностью методики испытаний для цели применения;

- некорректным установлением критерия приемлемости для валидационной характеристики (чрезмерно жесткие условия для данного метода, объекта испытаний или неправильно интерпретированные указания руководящего документа;

- ошибкой исполнителя при проведении лабораторного (валидационного) эксперимента или обработке его результатов.

24. В случае выявления незначительного отклонения от критериев приемлемости одного или нескольких эксплуатационных характеристик, которые не влияют на получение приемлемых значений результатов испытаний, принимается решение о признании результата валидации методики исследований (испытаний) и измерений положительным или отрицательным.

При проведении повторных экспериментов результат валидации методики исследований (испытаний) и измерений признается положительным при получении установленного показателя повторяемости.

25. В случае признания результата валидации методики исследований (испытаний) и измерений отрицательным такая информация отображается в отчете.

В указанном случае проводится анализ для установления причин отрицательного результата с целью внесения корректирующих действий.

В случае если при выполнении данных корректирующих действий несоответствие не устраняется, результат валидации методики испытаний признается отрицательным.

26. После устранения причин, способствующих получению отрицательного результата валидации методики исследований (испытаний) и измерений, руководитель рабочей группы вправе принять решение о проведении дополнительного лабораторного (валидационного) эксперимента.

27. Валидированная методика исследований (испытаний) при условии ее валидации методом межлабораторного эксперимента может быть аттестована в соответствии с законодательством государств-членов по заявлению разработчика методики исследований (испытаний) или по согласованию с ним.

28. Валидированная методика измерений при условии ее валидации методом межлабораторного эксперимента может быть аттестована в соответствии с Порядком метрологической аттестации методики (метода) измерений, утверждаемом Комиссией, по заявлению разработчика методики измерений или по согласованию с ним.

29. Сведения об аттестованных (валидированных) и утвержденных методиках исследований (испытаний) и измерений, регистрируются в соответствии с законодательством государств-членов (в соответствующих информационных фондах государств-членов).

30. Текст валидированной методики исследований (испытаний) и измерений, включаемой в перечень стандартов, содержащий правила и методы, публикуется на официальном сайте уполномоченного органа государства-члена по взаимодействию с Комиссией.

31. Методики исследований (испытаний) и измерений с положительными результатами валидации могут быть использованы

при разработке национальных (государственных) и (или)
межгосударственных стандартов.
