ПРОЦЕДУРА ПО КАЧЕСТВОТО **QP 7.2-1 / Ver. 1 / 2020/05/05**
QUALITY PROCEDURE

ВЕРИФИЦИРАНЕ / ВАЛИДИРАНЕ НА МЕТОДИТЕ ЗА ИЗПИТВАНЕ
VERIFICATION / VALIDATION OF TEST METHODS

1.Цел
Целта на настоящата процедура е да предостави подход при извършване на валидиране/верифициране на лабораторен метод за изпитване.

2. Обхват
Настоящата процедура обхваща всички стандартизирани и разработени от лабораторията методи, изпълняващи се в ИЦ Глобалтест ООД. Предназначена е да се изпълнява от всички сътрудници в химическата и микробиологичната лаборатории, както и сътрудници извършващи пробовземане.

3. Термини и определения

3.1 Валидиране - Проверка/верифициране дали определените изисквания са подходящи за предвидената употреба.

3.2 Проверка/верифициране - Предоставяне на обективни доказателства, че даден обект удовлетворява определени изисквания

3.3 Граница на откриване (LOD)

S_{blank} – стандартното отклонение на празната проба
За оценяването на S_{blank} се извършват минимум 10 определения на празни проби, като отдалечените стойности също се включват в изчислението (т.е. оценява се "шума" на измерването)

$$LOD = 3 \bullet S_{blank}$$

3.3.1 Определение 1 - Измерена количествена стойност, получена от дадена измервателна процедура, за която вероятността за фалшиво потвърждаване на отсъствието на компонент в материал е β, и за която е дадена вероятност α за фалшиво потвърждаване на неговото присъствие

3.3.2 Определение 2 - Граница на откриване на измервателната процедура е най-малкото количество от определяемия компонент в пробата, което може да бъде открито, но не задължително количествено изчислено като точна стойност

3.4 Граница на определяне (LOQ) - Граница на определяне на измервателната процедура е най – малкото количество от изследвания компонент в пробата, което може да бъде определено с подходяща прецизност и точност

S_{blank} – стандартното отклонение на празната проба

$$LOQ = 6 \bullet S_{blank}$$

3.5 Измервателна процедура - Детайлно описание на измерването в съответствие с един или повече измервателни принципи, или с даден измервателен метод, базирано на измервателен модел и включващо всяко изчисление, използвано за определяне на резултата от измерване

3.6 Селективност - Свойство на измервателната система, използвано при определена измервателна процедура, чрез което се осигуряват измерени количествени стойности за един или повече компоненти по такъв начин, че стойностите на всеки компонент са независими

1. Purpose
The purpose of this procedure is to provide an approach to validating / verifying a laboratory test method

2. Scope
This procedure covers all standardized and developed by the laboratory methods, implemented at IC Globaltest Ltd. It is intended to be performed by all collaborators in chemical and microbiological laboratories as well as collaborators performing sampling.

3. Terms and definitions

3.1. Validation – verification, where the specified requirements are adequate for an intended use

3.2. Verification – provision of objective evidence that a given item fulfils specified requirements

3.3. Limit of detection (LOD)

S_{blank} – standard deviation of a blank
For the S_{blank} evaluation, at least 10 blank determinations are performed, the remote values being also included in the calculation (i.e. the measurement "noise" is estimated)

3.3.1 Definition 1 - measured quantity value, obtained by a given measurement procedure, for which the probability of falsely claiming the absence of a component in a material is β, given a probability α of falsely claiming its presence

3.3.2 Definition 2 - The detection limit of the measurement procedure is the lowest quantity of analyte in a sample that can be reliably detected, but not necessarily quantified as an exact value

3.4. Limit of quantitation (LOQ) - The limit of quantitation of analytical procedure is the lowest amount of analyte in a sample which can be quantitatively determined with suitable precision and accuracy

S_{blank} – standard deviation of a blank

3.5 Measurement procedure - detailed description of a measurement according to one or more measurement principles and to a given measurement method, based on a measurement model and including any calculation to obtain a measurement result

3.6 Selectivity - property of a measuring system, used with a specified measurement procedure, whereby it provides measured quantity values for one or more measurands such that the values of each measurand are independent of other

от други компоненти или количества в явление, главна част или субстанция, обекти на изследването.

3.7 Точност на измерването (А) - Степен на близост между измерената средна количествена стойност и истинската количествена стойност на измерваната величина. Точността се определя от два фактора: истинност и прецизност. Количественото представяне на точността се дава с аналитичния добив

$\bar{x}$ - средна стойност от резултатите, получени от стандартна проба;

μ - "истинската" или приетата стойност на стандартната проба;

А - точност в %.

$$A = \frac{\bar{x}}{\mu} \bullet 100\,\%$$

3.8 Истинност - Степен на близост между средната на безкраен брой количествени повторяеми стойности и референтна количествена стойност. Истинността е обратимо свързана със систематичната грешка на измерването. Поради тази причина количественото измерение на истинността се изразява чрез отместването на измерването

3.9 Прецизност - Степен на близост между индикации или измерени количествени стойности, получени при повторяеми измервания на един и същ или близки обекти, при определени условия

3.10 Повторяемост *(r)* - Прецизност на измерването, получена при определен набор от повторяеми условия на измерване

3.11 Възпроизводимост - Прецизност на измерването, получена при определен набор от възпроизводими условия на измерване

3.12 Граница на повторяемост - Стойността, под която се намира с определена вероятност абсолютната стойност на разликата между два резултата от изпитването, получени при условия на повторяемост

S_r –стандартното отклонение от резултатите, получени за дадена стандартна проба, при еднакви условия;

2,8 – коефициент, които произлиза от нормалното разпределение (БДС ISO 5725-6:2004, т.4)

Границата на повтаряемост е стойност, която с доверителна вероятност 95% не превишава по абсолютна стойност разликата между два резултата от измерване, получени в условията на повтаряемост.

$$r = 2{,}8 \bullet s_r$$

3.13 Граница на възпроизводимост - Стойността, под която се намира с определена вероятност абсолютната стойност на разликата между два резултата от изпитването, получени при условия на възпроизводимост

S_L – стандартното отклонение от резултатите, получени в една и съща лаборатория, с един и същи метод за еднакъв сравнителен стандартен материал, при различни условия;

2,8 – коефициент, произлизащ от нормалното разпределение (БДС ISO 5725-6:2004, т.4).

$$R_L = 2{,}8 \bullet s_L$$

measurands or other quantities in the phenomenon, body, or substance being investigated

3.7. Accuracy of measurement (A) - closeness of agreement between a measured quantity value and a true quantity value of a measurand. The Accuracy is determined by two factors: measurement trueness and measurement precision. The quantification of the accuracy is given in the recovery.

$\bar{x}$ - mean concentration of the results obtained from a standard sample;

μ - the "true" or accepted value of the standard sample;

A – precision in %.

3.8 Trueness - closeness of agreement between the average of an infinite number of replicate measured quantity values and a reference quantity value. Measurement trueness is inversely related to systematic measurement error, but is not related to random measurement error. For this reason, the quantitative dimension of truth is expressed by the deviation of the measurement

3.9 Precision - closeness of agreement between indications or measured quantity values obtained by replicate measurements on the same or similar objects under specified conditions

3.10 Repeatability - measurement precision under a set of repeatability conditions of measurement

3.11 Reproducibility - measurement precision under reproducibility conditions of measurement

3.12 Repeatability limit – The value below which with a certain probability is the absolute value of the difference between two test results obtained under repeatability conditions

S_r – the standard deviation from the results obtained for a given standard sample under the same conditions;

2,8 – coefficient derived from the normal distribution (BDS ISO 5725-6:2004, т.4)

The repeatability limit is a value which, with a confidence level of 95%, does not exceed in absolute value the difference between two measurement results obtained under repeatability.

3.13 Reproducibility limit - The value below which with a certain probability is the absolute value of the difference between two test results obtained under reproducibility conditions

S_L - the standard deviation from the results obtained in the same laboratory by the same method for the same standard reference material under different conditions

2,8 – coefficient derived from the normal distribution (BDS ISO 5725-6:2004, т.4).

Когато резултатите са получени от различни лаборатории, възпроизводимостта се нарича междулабораторна възпроизводимост (R) и се дефинира чрез стандартното отклонение на резултатите, получени от различните лаборатории (s_R), при 95% доверителна вероятност.

When the results are obtained from different laboratories, reproducibility is called interlaboratory reproducibility (R) and is defined by the standard deviation of the results obtained by different laboratories (s_R) at 95% confidence probability

3.14 Обхват - Набор от стойности на количества от един и същ вид, които могат да бъдат измерени с даден измервателен инструмент или измервателна система с определена инструментална неопределеност на измерването, при определени условия. Определя се от интервала между границата на количествено определяне и горната граница, при която възниква неприемлива промяна в чувствителността или в неопределеността от измерване

3.14 Range - A set of values of quantities of the same type that can be measured with a given measuring instrument or measuring system with a defined instrumental measurement uncertainty, under certain conditions. It is determined from the interval between the limit of quantification and the upper limit at which an unacceptable change in sensitivity or uncertainty of measurement

3.15 Линейност - Способността да се получат с помощта на аналитичната процедура (в даден обхват) резултати от изпитване, които са правопропорционални на концентрацията (количеството) на анализираното вещество в пробата

3.15 Linearity - the ability to derive test results using the analytical procedure (within a given range) that are directly proportional to the concentration (quantity) of the analyte in the sample

3.16 Неопределеност - Неотрицателен параметър, характеризиращ дисперсията на количествените стойности, които могат да бъдат приписани на измерваната величина, базиран на използваната информация. Характеристиката е неприложима за неколичествени методи.

3.16 Uncertainty - non-negative parameter characterizing the dispersion of the quantity values being attributed to a measurand, based on the information used. The characteristic is not applicable to non-quantifiable methods

3.17 Отместване (d) - Числена стойност, изразяваща систематичната грешка на измерването

3.17 Deviation (d) - Numeric value expressing the systematic measurement error

$\bar{x}$ - средна стойност от резултатите, получени от стандартна проба;

μ - "истинската" или приетата стойност на стандартната проба;

$$d = \bar{x} - \mu$$

или (or)

$$d = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \bullet 100\,\%$$

$\bar{x}$ - mean concentration of the results obtained from a standard sample;

μ - the "true" or accepted value of the standard sample;

3.18 Относително стандартно отклонение (RSTD %) - Относително стандартно отклонение е отношението на стандартното отклонение, получено от измерването на най-малко 10 повторения на една и съща стандартна проба и средноаритметичната им стойност

3.18 Relative standard deviation (RSTD%) - Relative standard deviation is the ratio of the standard deviation obtained by measuring at least 10 iterations of the same standard sample and its arithmetic mean

$\bar{x}$ - средна стойност от резултатите, получени от стандартна проба;

s – стандартно отклонение

$$RSTD = \frac{s}{\bar{x}} \bullet 100\,\%$$

$\bar{x}$ - mean concentration of the results obtained from a standard sample;

s – standard deviation

3.19 Систематична грешка - Компонент на грешката на измерването, който при извършване на повторими измервания остава постоянен или варира по предвидим начин

3.19 Systematic error - component of measurement error that in replicate measurements remains constant or varies in a predictable manner

3.20 Устойчиност - Способност на аналитичната процедура да остане незасегната от малки промени в нейните параметри

3.20 Stability - The ability of the analytical procedure to remain unaffected by minor changes in its parameters

Повторения / Iterations	Фактори / Factors			Резултати / Results
	A	B	C	

1	+	+	+	Y1
2	+	-	-	Y2
3	-	-	+	Y3
4	-	+	-	Y4

Промените в процедурата се означават (+) или (-), които означават присъствието (+) или отсъствието (-) на промени във влияещите фактори. Получените резултати се означават с Y_i. Абсолютният ефект (E_A) за всеки фактор се изчислява по формулата:

Changes to the procedure are marked (+) or (-), which indicate the presence (+) or absence (-) of changes in the influencing factors. The results obtained are indicated by Y_i. The absolute effect (E_A) for each factor is calculated by the formula:

$\sum Y_{A+}$ - сума от резултатите на Y_i, където фактор А е означен със знака (+), т.е. Y_1+Y_2; n=2)

$\sum Y_{A+}$ - sum of results of Y_i, where factor A is marked with (+), i.e. Y_1+Y_2; n=2)

$\sum Y_{A-}$ - сума от резултатите на Y_i, където фактор А е означен със знака (-), т.е. Y_3+Y_4; n=2)

$\sum Y_{A-}$ - sum of results of Y_i, where factor A is marked with (-), i.e. Y_3+Y_4; n=2)

$$E_A = \frac{\sum Y_{A+} - \sum Y_{A-}}{n}$$

n – брой на (+) или (-) променящи се фактори

n – number of (+) or (-) changing factors

E_A е значителен ако:

E_A is significant if:

S_L – стандартното отклонение на резултатите, получени при определяне на възпроизводимостта

S_L – the standard deviation of the results obtained in determining the reproducibility

$$E_A > 1{,}4 \bullet s_L$$

3.21 Метрологична проследимост - Свойство на резултат от измерване, съгласно което, резултатът може да бъде свързан с референтен елемент чрез документирана непрекъсната верига от калибрирания, всяко от които внася принос към неопределеността на измерване

3.21 Metrological traceability - property of a measurement result whereby the result can be related to a reference through a documented unbroken chain of calibrations, each contributing to the measurement uncertainty

Специфични характеристики за микробиологични методи
Specific characteristics for microbiological methods

3.22 Точност - Точността на метода е мярка за приближението на резултатите към „истинската" стойност. Числено точността се изразява с

3.22 Accuracy - The accuracy of the method is a measure of the approximation of the results to the "true" value. Numerical accuracy is expressed by

$\bar{x}$ - средна стойност от резултатите получени за референтната проба;
μ - „истинската" (или приетата) стойност дадена за референтната проба

$$точност\ /\ accuracy\ (\%) = \frac{\bar{x}}{\mu} * 100\%$$

$\bar{x}$ - mean concentration of the results obtained from a reference sample;
μ - the "true" or accepted value of the reference sample;

3.23 Долна граница на откриване - При методите, при които се изброяват колонии, долната граница на откриване на метода е този брой микроорганизми (*x*), при който вероятността (P_o) да се установи отрицателен резултат е равна на 5% (P_o = 0,05).
Използвайки разпределението на Poisson

3.23 Lower detection limit - For methods with colonies count, the lower limit of detection of the method is the number of micro-organisms (*x*) in which the probability (P_o) to establish a negative result is 5% (P_o = 0,05).
Using the Poisson distribution

$\bar{x}$ - средна стойност от резултатите получени за референтната проба
μ - „истинската" (или приетата) стойност дадена за референтната проба

$$x = \ln\left(\frac{1}{p_0}\right) = \ln\left(\frac{1}{0{,}05}\right) = \ln(20) = 3{,}00$$

$\bar{x}$ - mean concentration of the results obtained from a reference sample;
μ - the "true" or accepted value of the reference sample;

При методите, при които се определя най-вероятно число (НВЧ) долната граница на откриване на метода е крайният случай, когато само една епруветка от набора е с *положителен* резултат.

For methods where a most probable number (MPN) is determined, the lower limit of detection of the method is the final stage when only one test tube is positive.

3.24. Горна граница на откриване - При методите, при които се изброяват колонии, горната граница на откриване е крайният случай, при който броя на микроорганизмите става неясен, за да се получи валидно и точно определяне. Тази граница не е ясно фиксирано число.

При методите, при които се определя най-вероятно число (НВЧ) горната граница на откриване е крайният случай, когато само една епруветка от набора е с отрицателен резултат

3.24. Upper detection limit - In the methods of colony counting, the upper limit of detection is the final stage where the number of micro-organisms becomes obscure in order to obtain a valid and accurate determination. This limit is not a clearly fixed number.

For methods where a probable number is determined, the upper limit of detection is the final stage when only one test tube has a negative result

3.25. Специфичност - Специфичността е отношението между броя на „истинските" отрицателни колонии и общия брой на отрицателните колонии („истински" отрицателни колонии и „лъжливи" положителни колонии) изброени в презумптивния етап

(d) е броят предполагаеми отрицателни колонии, доказани като отрицателни с потвърждаващи тестове („истински" отрицателни колонии)

(c) е брой предполагаеми положителни колонии, доказани като отрицателни с потвърждаващи тестове („лъжливи" положителни колонии)

$$\text{специфичност / specificity} = \frac{d}{c+d}$$

3.25. Specificity - Specificity is the ratio between the number of "true" negative colonies and the total number of negative colonies ("true" negative colonies and "false" positive colonies) listed in the presumption phase

(d) is the number of suspected negative colonies proven to be negative with confirmatory tests ("true" negative colonies)

(c) is a number of suspected positive colonies proven to be negative with confirmatory tests ("false" positive colonies)

3.26. Чувствителност - Чувствителността е отношението между броя на „истинските" положителни колонии и общия брой на положителните колонии („истински" положителни колонии и „лъжливи" отрицателни колонии) изброени в презумптивния етап

(a) е броят предполагаеми положителни колонии, доказани като положителни с потвърждаващи тестове („истински" положителни колонии)

(b) е брой предполагаеми отрицателни колонии, доказани като положителни с потвърждаващи тестове („лъжливи" отрицателни колонии)

$$\text{чувствителност} = \frac{a}{a+b}$$

3.26. Sensitivity - Sensitivity is the ratio between the number of "true" positive colonies and the total number of positive colonies ("true" positive colonies and "false" negative colonies) listed in the presumption phase

(a) is the number of suspected positive colonies proven positive with confirmatory tests ("true" positive colonies);

(b) is a number of suspected negative colonies proven positive with confirmatory tests ("false" negative colonies);

№ на проба Sample №	n	предполагаеми положителни колонии suspected positive colonies	предполагаеми отрицателни колонии suspected negative colonies	a	b	Чувствителност Sensitivity %

3.27. Повтаряемост - Степен на съответствие на резултатите получени от поне 10 последователни измервания на идентични проби, проведени при едни и същи условия на измерване (един и същи метод, от един и същи оператор, при едни и същи аналитични/ технически параметри и апаратура в една лаборатория за максимално кратък период от време).

Мярка за повторяемостта *r* е стандартното отклонение на тези резултати s_r (брой данни ≥ 10). Повторяемостта *r* (при 95% доверителна вероятност) се дефинира чрез

(sr) – стандартно отклонение от резултатите получени с един и същ метод за еднакъв тестван или референтен материал, при еднакви условия

$$r = 2{,}8 * s_r$$

коефициентът $2{,}8 = 2\sqrt{2}$ и произлиза от нормалното разпределение. (БДС ISO 5725-6, т.4)

3.27. Repeatability - Degree of conformity of results obtained from at least 10 consecutive measurements of identical samples carried out under the same measurement conditions (same method, from the same operator, for the same analytical / technical parameters and apparatus in a single laboratory for the maximum short period of time).

The measure of repeatability *r* is the standard deviation of these results s_r (data count ≥ 10). Repeatability *r* (95% confidence probability) is defined by

(sr) – standard deviation from the results obtained with the same method for the same test or reference material under the same conditions

the coefficient $2{,}8 = 2\sqrt{2}$ and derives from the normal distribution. (BDS ISO 5725-6, p.4)

№ проба Sample #	B_1	B_2	$\overline{X}$	S	CV %	X^2
Средно / Average:						

Коефициент на вариация (CV) - за неотрицателните характеристики това е отношението на стандартното отклонение към средноаритметичното

CV е коефициент на вариация

$\overline{X}$ е средна стойност получена от две успоредни посевки

S е стандартното отклонение

$$CV = \frac{S}{\overline{X}} \cdot 100\%$$

Coefficient of variation (CV) - for non-negative characteristics, this is the ratio of the standard deviation to the arithmetic mean

CV is coefficient of variation

$\overline{X}$ is an average value obtained from two parallel platings

S is standard deviation

Индекс на разсейване на Поасон - X2 - Изчислява се индексът на разсейване на Поасон за две успоредни посевки

B_1 и B_2 е две успоредни посевки

Сравнява се получената стойност (X^2_{exp}) с таблична стойност ($X^2_{табл}$), при съответните степени на свобода (n -1), където n е броя проби (n =2)

$$X^2_{exp} = \sum_{i=1}^{n} \frac{(B_i 1 - B_i 2)}{(B_i 1 + B_i 2)}$$

Poisson Scattering Index - X2 - The poisson scattering index for two parallel platings

B_1 and B_2 are two parallel platings

Compare the resulting value (X^2_{exp}) with table value (X^2_{tab}), with the corresponding degrees of freedom (n-1), where n is the number of samples (in this case n = 2).

Стойности на $X^2_{табл}$ при зададена вероятност *P* и една степен на свобода

X^2_{tab} values with a set probability *P* and one degree of freedom

P	0,95	0,90	0,80	0,70	0,60	0,50	0,40	0,30	0,20	0,10	0,05
X^2	0,004	0,016	0,064	0,148	0,256	0,455	0,722	1,07	1,62	2,71	3,84

- ако (X^2_{exp}) < ($X^2_{табл}$), то вариацията е в рамките на случайността и следва разпределението на Poisson.
- ако (X^2_{exp}) > ($X^2_{табл}$), тогава има наличие на свръх дисперсия, която може да се дължи на поведението на микроорганизмите или показва липса на прецизност на работа.

- if (X^2_{exp}) < (X^2_{tab}), then the variance is within randomness and follows the Poisson distribution.
- if (X^2_{exp}) > (X^2_{tab}) then there is an over-dispersion that may be due to the behavior of the microorganisms or a lack of precision.

3.28. Относителна истинност – степента на съответствие на резултатите от измерване, получени с помощта на оценявания метод и с помощта на признат референтен метод.

3.29. Отрицателно отклонение – възниква в случай, че алтернативният метод дава отрицателен резултат без потвърждение, когато референтният метод дава положителен резултат. Това отклонение се превръща в фалшив отрицателен резултат, когато истинският резултат може да бъде доказан като положителен.

3.30. Положително отклонение- възниква в случай, че алтернативният метод дава положителен резултат без потвърждение, когато референтният метод дава отрицателен резултат. Това отклонение се превръща в фалшив положителен резултат, когато истинският резултат може да бъде доказан като отрицателен.

3.31. Неопределеност - Неотрицателен параметър, характеризиращ дисперсията на количествените стойности, които могат да бъдат приписани на измерваната величина, базиран на използваната информация. Характеристиката е неприложима за неколичествени методи.

3.32. Възпроизводимост - Възпроизводимостта е мярка за съответствието между резултатите получени в една и съща лаборатория с един и същи метод за еднакъв тестван или референтен материал при различни условия (различни аналитик, оборудване и по различно време). Тази възпроизводимост се нарича още вътрешнолабораторна възпроизводимост R_L. Мярката за възпроизводимостта R_L е стандартното отклонение на тези резултати S_L.

Възпроизводимостта R_L се изчислява чрез:

S_L – стандартно отклонение от резултатите получени в една и съща лаборатория, с един и същ метод за еднакъв тестван или референтен материал, при различни условия

$$R_L = 2{,}8 * s_L$$

коефициентът $2{,}8 = 2\sqrt{2}$ и произлиза от нормалното разпределение (БДС ISO 5725-6, т.4)

3.28. Relative trueness – the degree of correspondence of the result of the method under evaluation to those obtained using a recognised reference method.

3.29. Negative deviation – occurs when the alternative method gives negative result without conformation when the reference method gives a positive result. This deviation becomes a false negative result when the true result can be proved as being positive.

3.30. Positive deviation - occurs when the alternative method gives positive result without conformation when the reference method gives a negative result. This deviation becomes a false positive result when the true result can be proved as being negative.

3.31. Uncertainty - non-negative parameter characterizing the dispersion of the quantity values being attributed to a measurand, based on the information used. The characteristic is not applicable to non-quantifiable methods

3.32. Reproducibility - Reproducibility is a measure of the conformity of results obtained in the same laboratory with the same method for the same test or reference material under different conditions (different analyst, equipment and different time).

This reproducibility is also called intra-laboratory reproducibility R_L. The reproducibility measure R_L is the standard deviation of these S_L results.

Reproducibility R_L is calculated by:

S_L – a standard deviation from the results obtained in the same laboratory by the same method for the same test or reference material under different conditions

$$R_L = 2{,}8 * s_L$$

the coefficient $2{,}8 = 2\sqrt{2}$ and derives from the normal distribution. (BDS ISO 5725-6, p.4)

4. Работна схема при извършване на валидиране/ верифициране на метод за изпитване

4. Operation scheme for validation / verification of the test method

Етапи при извършване на валидиране / верифициране на метод за изпитване
Validation / verification steps of the test method

Подбор на комбинация от характеристики, в зависимост от определените изисквания на предвидената употреба
Selection of a combination of characteristics, depending on the intended use of the intended use

Изчисляване на характеристиките на метода		**Calculation of the characteristics of the method**
Обхват (интервал на измерване)	1.	Scope (measurement interval)
Селективност/Специфичност	2.	Selectivity/ Specificity
Линейност	3.	Linearity
Граница на откриване	4.	Limit of detection
Граница на количествено определяне	5.	Limit of quantification
Точност	6.	Accuracy
Аналитичен добив	6.1.	Recovery
Отместване	6.2.	Deviation
Прецизност	7.	Precision
Повторяемост и/или възпроизводимост	7.1.	Repeatability and reproducibility
Устойчивост	8.	Stability
	9.	Relative trueness
	10.	Positive and negative deviation
	11	Sensitivity
Неопределеност на измерването	12.	Measurement uncertainty

Сравняване на получените резултати с аналитични критерии
Comparing results with analytical criteria

Изграждане на протокол от валидиране/верифициране на метод за изпитване
Preparing a Report for validation / verification of test method

5. Изисквания към персонала, извършващ валидиране/верифициране на метод за изпитване
Процедурата по валидиране/верифициране на метод за изпитване се извършва от сътрудниците в химическата/микробиологичната лаборатории. Всеки един участващ в процедурата по валидиране/ верифициране на метод за изпитване трябва да бъде упълномощен от Ръководителя на лабораторията, съгласно QL 6.2.6

5. Requirements for the personnel performing the validation / verification of the test method
The procedure for validating / verifying the test method is performed by the collaborators in the chemical / microbiological laboratories. Anyone involved in the validation / verification process of a test method should be authorized by the laboratory manager according to QL 6.2.6

6. Изисквания към използваните реактиви при извършване на валидиране/верифициране на метод за изпитване

Всички реактиви, използвани по време на извършване на валидиране/верифициране на метод за изпитване трябва да бъдат с подходящо аналитично качество. За валидиране/верифициране на метод за изпитване се използват сертифицирани сравнителни материали/сертифицирани референтни щамове с доказана метрологична проследимост, както и сравнителни материали. Списъкът на използваните при валидиране/верифициране на метод за изпитване реактиви, сертифицирани сравнителни материали/ сертифицирани референтни щамове и сравнителни материали, са посочени в QL 6.4-2.1 „Списък на сертифицирани сравнителни материали и сравнителни материали“ и QL 6.4-2.2 „Списък на сертифицирани референтни щамове и щамове“.

6. Requirements for the reagents used in the validation / verification of the test method

All reagents used during the validation / verification of the test method shall be of adequate analytical quality. Validation / verification of the test method uses certified reference materials/certified reference strain with proven metrological traceability as well as comparative materials. The list of reagents used for validation / verification of test method, certified reference materials/certified reference strains and reference materials are given in QL 6.4-2.1 “List of certified reference materials and reference materials” and QL 6.4-2.2 “List of certified reference strains and strains”

7. Допълнителни изисквания към валидиране/верифициране на метод за изпитване

7.1 На валидиране се подлагат нестандартизираните методи за изпитване, методите за изпитване, разработени от лабораторията, както и стандартизирани методи, използвани извън предназначения обхват, или изменени по друг начин. Валидирането се извършва до степен, необходима, за да удовлетвори потребностите за дадената употреба или област на приложение

7.2 На верифициране се подлагат всички стандартизирани методи, както и методи утвърдени от признати международни организации, контролни органи или такива посочени в нормативната уредба

7.3 При извършване на валидиране/верифициране на метод за изпитване, валидирането/верифицирането обхващат различни комбинации от характеристики, в зависимост от предвидената употреба, така че да се постигне съответствие с определените изисквания

7.4 При извършване на валидиране/верифициране на метод за изпитване освен валидиране/верифициране на определените характеристики на метода за изпитване се извършва изчисляване и оценяване на неопределеността на измерването с цел да се осигури метрологична проследимост на метода за изпитване. Изчисляването се извършва спрямо процедура QP 7.6-1

7.5 Определянето на отделните характеристики на метода при валидиране/верифициране, както и тяхното изчисляване се извършва спрямо работни инструкции WI 7.2-1, WI 7.2-2, WI 7.2-3, WI 7.2-4 и WI 7.2-5

7.6 Получените резултати от валидиране/верифициране на метод за изпитване се сравняват с определени аналитични критерии, като данните от това сравнение служат за изграждане на протокол от валидиране/верифициране на метод за изпитване по QF 7.2-1 и QF 7.2-2

7. Additional requirements for validation / verification of a test method

7.1 Validation shall be subject to non-standardized test methods, test methods developed by the laboratory as well as standardized methods used outside the intended scope or otherwise modified. Validation is done to the extent necessary to meet the needs of the given use or area of application

7.2 Verification shall be subject to all standardized methods as well as methods validated by recognized international organizations, control bodies or those specified in the regulatory legislation

7.3 When validating / verifying a test method, the validation / verification shall cover different combinations of characteristics, depending on the intended use, so as to achieve compliance with the specified requirements

7.4 When validating / verifying a test method, in addition to validating / verifying the specified test method characteristics, the measurement uncertainty shall be calculated and evaluated in order to ensure the metrological traceability of the test method. Calculation is performed using QP 7.6-1.

7.5 The determination of the individual characteristics of the validation / verification test method as well as its calculation shall be carried out in accordance with procedures WI 7.2-1, WI 7.2-2, WI 7.2-3, WI 7.2-4 и WI 7.2-5

7.6. The validated / verified test method results are compared with certain analytical criteria and the data from this comparison serve to construct a validation / verification report under QF 7.2-1 and QF 7.2-2

7.7 Ново валидиране на метод се извършва при внасяне на изменения при вече валидиран нестандартизиран или вътрешнолабораторен метод
7.8 Нова верификация на метод се извършва при промяна на метода, промяна на техническото средство, при нов ССМ/СРЩ или когато Ръководителят на лабораторията прецени, че е необходимо.
7.7 Управлението на всички записи се извършва спрямо процедура QP 8.4-1

7.7 A new validation of a method is carried out when changes are made to an already validated non-standardized or intra-laboratory method
7.8 A new verification of the method shall be carried out in the case of a change of method, change of the technical means, using a new CRMs or where the laboratory manager considers it necessary
7.7 All records are handled in accordance with QP procedure 8.4-1

8. Отговорности и права

Верификацията и валидирането на методите за изпитване се извършва от сътрудниците на съответните лаборатории, упълномощени за извършване на тази дейност. Сътрудниците отговарят за стриктно изпълнение на методите за изпитване и за своевременно докладване на ръководителя на лабораторията при установяване на недопустими отклонения на резултатите.
Ръководителят на ИЦ ГЛОБАЛТЕСТ отговаря за утвърждаване и прилагане на новите стандартизирани методи за изпитване.

8. Responsibilities and Rights

Verification and validation of test methods shall be carried out by the collaborators of the appropriate laboratories authorized to carry out this activity. The collaborators are responsible for the rigorous implementation of test methods and for timely reporting to the Lab manager in the case of inappropriate performance deviations.
The Lab manager is responsible for validating and implementing the new standardized testing methods.

9. Използвани документи

- БДС EN ISO/IEC 17025:2018 Общи изисквания за компетентността на лаборатории за изпитване и калибриране (ISO/IEC 17025:2017)

9. Used documents

BDS EN ISO/IEC 17025:208 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

- Eurachem Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. Second edition.
- International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) 3rd edition 2008 version with minor corrections
- The selection and use of reference materials a basic guide for laboratories and accreditation bodies
- Eurachem Guide - 04/10 Accreditation of Microbiological laboratories

10. Съпътстващи документи **10. Accompanying documents**

Точност (истинност и прецизност) на методи и резултати от измерване. Част 6: Използване на стойности за точност в практиката	**BDS ISO 5725-6:2004**	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 6: Use in practice of accuracy values
Упълномощаване на персонала	**QL 6.2.6**	Authorization of personnel
Списък на сертифицирани сравнителни материали и сравнителни материали	**QL 6.4-2.1**	List of Certified Reference Materials and Reference Materials
Списък на сертифицирани референтни щамове и щамове	**QL 6.4-2.2**	List of Certified Reference Strains and strains
Оценяване на неопределеност на измерване	**QP 7.6-1**	Evaluation of measurement uncertainty
Управление на записите	**QP 8.4-1**	Control of records
Изчисляване на характеристиките, подлежащи на валидиране/верифициране на тегловен метод на изпитване	**WI 7.2-1**	Calculating the characteristics subject to validation / verification of gravimetric test method
Изчисляване на характеристиките, подлежащи на валидиране/верифициране на титрувален метод на изпитване	**WI 7.2-2**	Calculating the characteristics subject to validation / verification of titrimetric test method
Изчисляване на характеристиките, подлежащи на валидиране/верифициране на апаратен метод на изпитване	**WI 7.2-3**	Calculating the characteristics subject to validation / verification of instrumental test method
Изчисляване на характеристиките, подлежащи на валидиране/верифициране на микробиологичен количествен метод на изпитване	**WI 7.2-4**	Calculating the characteristics subject to validation / verification of microbiological quantitative test method

ПРОЦЕДУРА ПО КАЧЕСТВОТО **QP 7.2-1 / Ver. 1 / 2020/05/05**
QUALITY PROCEDURE

ВЕРИФИЦИРАНЕ / ВАЛИДИРАНЕ НА МЕТОДИТЕ ЗА ИЗПИТВАНЕ
VERIFICATION / VALIDATION OF TEST METHODS

Изчисляване на характеристиките, подлежащи на валидиране/верифициране на микробиологичен качествен метод на изпитване	**WI 7.2-5**	Calculating the characteristics subject to validation / verification of microbiological qualitive test method
Протокол за валидиране/верифициране на метод (химичен)	**QF 7.2-1**	Report for test method validation/verification (chemical)
Протокол за валидиране/верифициране на метод (микробиологичен)	**QF 7.2-2**	Report for test method validation/verification (microbiology)

Край / End

История на документа / Document history

Дата Date	Версия Version	Извършени промени Changes	Причина Reason	Разработил Prepared by	Утвърдил Approved by
13.03.2018	1	Нов документ New document	Преакредитация по ISO/IEC 17025:2017 Re-accreditation ISO/IEC 17025:2017	I.Givechev S. Balkanska	D. Tanev
05.05.2020	1	Промяна в точка 6 – разделяне на **QL 6.4-2** на **QL 6.4-2.1 и QL 6.4-2.2** Change in p.6 – splitting QL 6.4-2 into QL 6.4-2.1 and QL 6.4-2.2	Постъпило предложение за изменение от Мария Бишева на 04.05.2020 Proposal for amendment by Maria Bisheva on May 4th, 2020	I.Givechev Tanya Pancheva	D. Tanev

Изявление / Statement

Този документ представлява оригинал, когато е съхранен в електронен вид и е изпратен по електронната поща от който и да е имейл от домейна на @globaltest-bg.com или е предаден на електронен носител на получателят му, чрез съответния предавателен документ. След разпечатването на документа, той представлява неконтролирано копие и авторът му не може да гарантира неговата достоверност.

This document is an original when stored electronically and emailed from any email from the @globaltest-bg.com domain or transmitted electronically to the recipient via the appropriate transmission document. After printing the document, it is an uncontrolled copy and its author can not guarantee its authenticity.

Документът е собственост на ИЦ ГЛОБАЛТЕСТ ООД **The document is a property of IC GLOBALTEST Ltd.**