

WALIDACJA

DEFINICJA: **Walidacja** jest potwierdzeniem, przez zbadanie i przedstawienie obiektywnego dowodu, że zostały spełnione szczególne wymagania dotyczące konkretnie zamierzonego zastosowania.

Celem walidacji nie jest osiągnięcie jak najlepszych parametrów metody analitycznej, tylko wykazanie faktycznie zmierzonych i wyznaczonych wartości parametrów w celu potwierdzenia, że opracowana metoda analityczna nadaje się do założonego celu.

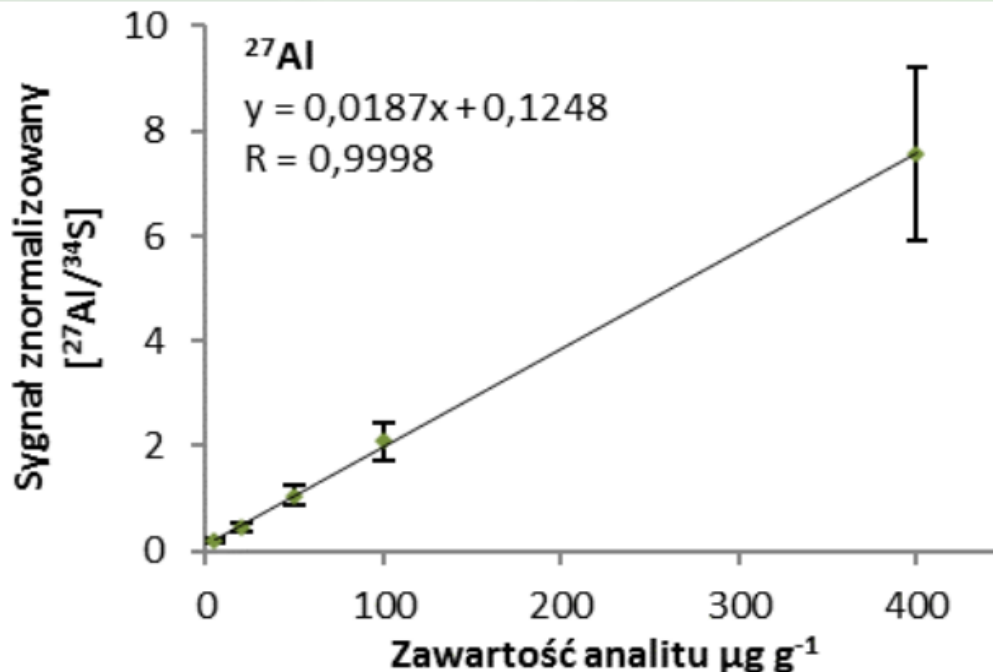
Zastosowanie prawidłowo skalibrowanego instrumentu pomiarowego oraz wdrożenie znormalizowanych procedur nie gwarantuje, że uzyskane wyniki pomiarów są miarodajne.

Procedura analityczna jest charakteryzowana przez parametry walidacyjne:

LINIOWOŚĆ

Liniowość jest wyznaczana statystycznie na podstawie analizy wzorców użytych do kalibracji i wyrażana jako współczynnik regresji R. Zakłada się, że krzywa kalibracyjna jest liniowa gdy $R > 0,999$.

Ponadto, z równania regresji krzywej kalibracyjnej odczytuje się wartość współczynnika kierunkowego i przecięcia z osią y wraz z ich odchyleniami standardowymi, na podstawie których określa się ich istotność, przy użyciu odpowiednich testów statystycznych (np. test t-Studenta)

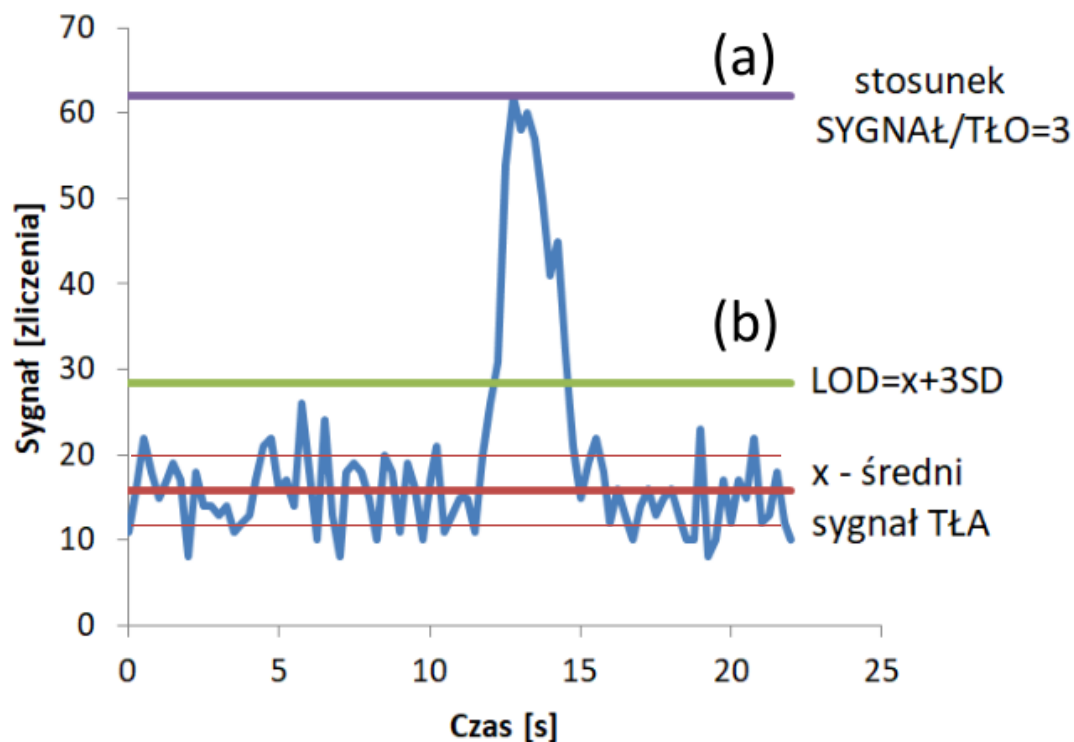


Procedura analityczna jest charakteryzowana przez parametry walidacyjne:

GRANICA WYKRYWALNOŚCI

Granica wykrywalności LOD (ang. limit of detection) określa najniższe stężenie analitu, które daje się odróżnić od sygnału próbki ślepej lub tła z założonym prawdopodobieństwem.

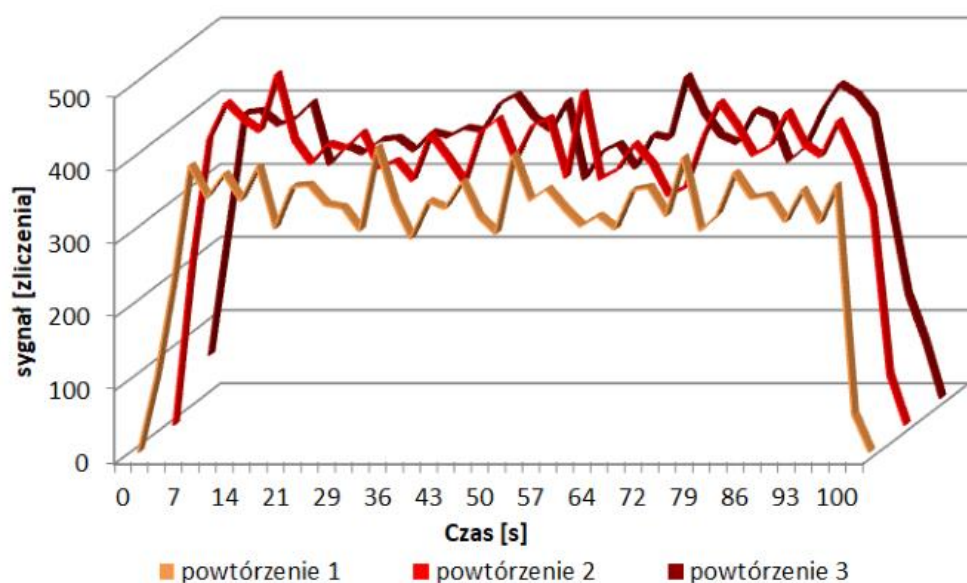
Parametr ten określa najmniejszą ilość analitu, którą można wykryć przy użyciu danej metody analitycznej. Najczęściej stosowaną metodą wyznaczania LOD jest trzykrotność odchylenia standardowego zmierzonego dla próbki ślepej.



Procedura analityczna jest charakteryzowana przez parametry walidacyjne:

PRECYZJA

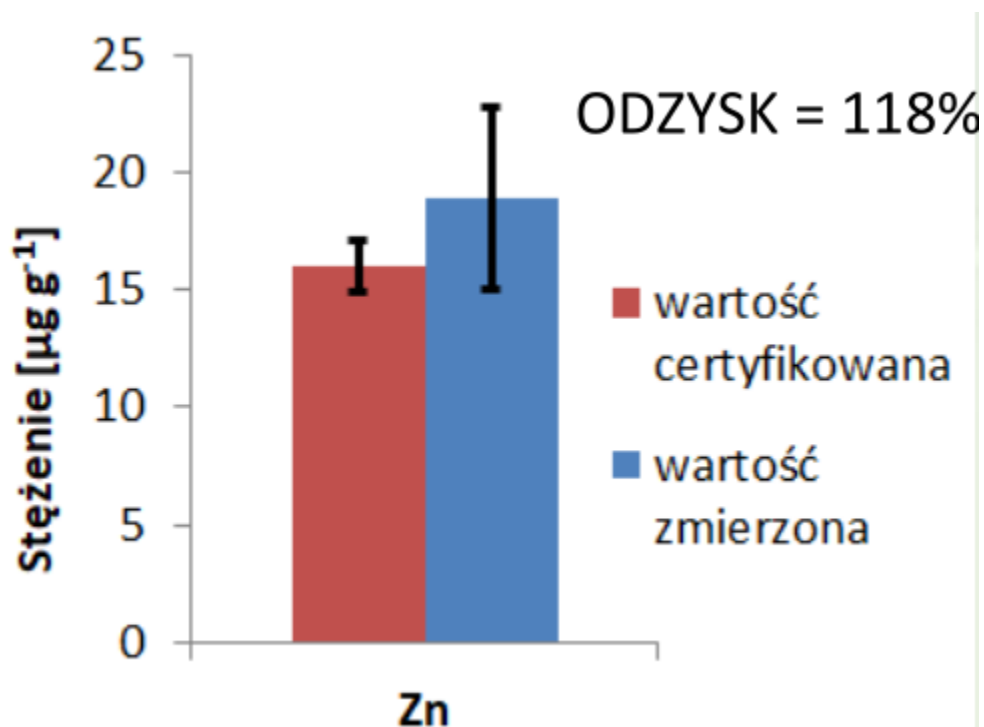
Precyzja wyników pomiaru oznacza rozrzut zmierzonych wartości wokół wartości średniej i wyrażana jest jako odchylenie standardowe (SD), względne odchylenie standardowe, (RSD) lub współczynnik zmienności (CV). Wartości precyzji wyrażają w sposób matematyczny błędy przypadkowe pomiaru przy użyciu danej metody. W zależności od interwału czasowego między pomiarami, precyzję wyraża się jako: (i) **powtarzalność** (ii) **precyzję pośrednią** i (iii) **odtworzalność**. Do wyznaczania precyzji powinno się użyć próbki typowej, która ma być oznaczana daną metodą, zawierającą analit na podobnym poziomie stężeń oraz podobną matrycę.



Procedura analityczna jest charakteryzowana przez parametry walidacyjne:

POPRAWNOŚĆ

Poprawność metody analitycznej oznacza zgodność wartości średniej otrzymanej z serii pomiarów z wartością ustaloną lub spodziewaną przypisaną do analizowanej próbki i interpretowana jest jako wartość błędu systematycznego metody. Do wyznaczenia dokładności stosuje się materiały odniesienia, głównie CRM. W przypadku braku materiałów odniesienia stosuje się dodatek wzorca i wyznacza się wartość odzysku dodatku analitu.



Parametry walidacyjne, które można wyznaczyć w oparciu o pomiary wzorców i z parametrów krzywej kalibracyjnej

