

## Validation as a confirmation of the planned process of obtaining results

### Walidacja jako potwierdzone sprawdzenie zaplanowanego procesu uzyskania wyników.

*The article is a collection of information necessary for performing validation by laboratories. The basic concepts have been defined, the purpose of the validation is described, outlining the various steps that a validation process should contain. The article also proposes which parameters should be assessed during validation and how to complete all documentation in the form of a protocol.*

*Artykuł jest zbiorem niezbędnych informacji dotyczących wykonywania walidacji przez laboratoria. Zdefiniowano podstawowe pojęcia, przedstawiono w jakim celu przeprowadza się walidację, nakreślając przy tym poszczególne etapy, z których powinna składać się walidacja. W artykule zawarto również propozycję parametrów ocenianych podczas walidacji oraz jak należy skompletować całą dokumentację w formę protokołu.*

#### 1. DEFINITION OF A VALIDATION

Validation in technical sciences is an action aimed at confirming in a documented manner and in accordance with the assumptions that the procedures, processes, devices, materials, activities and systems actually lead to reliable results.

The word *validus* comes from Latin and is translated as: strong, powerful, hard. According to EN/PN 17025:2005 point 5.4.5.1 validation is a confirmation by examination and presentation of objective evidence that the requirements for the intended application have been met. It is a process confirming that the research method (test procedure) used to perform a specific, specialized task leads to the intended result.

Validation is therefore the process of monitoring the test, procedure or method to ensure that tests are performed as expected. To enable this, methods should be developed that will ensure high quality of measurement methods.

#### 2. REASONS FOR USING VALIDATION

In accordance with EN/PN 17025:2005 pkt. 5.4.5.2 the laboratory should carry out validation:

- non-standardized methods
- methods designed or developed in the laboratory
- standardized methods used outside of their expected scope
- standardized methods that have been extended or modified,

#### 1. DEFINICJA WALIDACJI

Walidacja w naukach technicznych i informatyce jest to działanie mające na celu potwierdzenie w sposób udokumentowany i zgodny z założeniami, że procedury, procesy, urządzenia, materiały, czynności i systemy rzeczywiście prowadzą do rzetelnych wyników.

Słowo *validus* pochodzi z języka łacińskiego i tłumaczone jest jako: silny, mocny, twardy. Według normy EN/PN 17025:2005 pkt. 5.4.5.1 walidacja jest potwierdzeniem przez zbadanie i przedstawienie obiektywnego dowodu, że zostały spełnione wymagania dotyczące zamierzonego zastosowania. Jest procesem potwierdzającym, że metoda badawcza (procedura badawcza) użyta do wykonania konkretnego, wyspecjalizowanego zadania prowadzi do zamierzonego celu.

Walidacja jest więc procesem monitorowania badania, procedury lub metody, w celu zapewnienia, że badania wykonywane są zgodnie z oczekiwaniami. Aby to zapewnić, należy wypracować metody, które zapewnią wysoką jakość metod pomiarowych.

#### 2. UZASADNIENIE PRZEPROWADZANIA WALIDACJI

Zgodnie z normą EN/PN 17025:2005 pkt. 5.4.5.2 laboratorium powinno przeprowadzić walidację:

- metod nieznormalizowanych
- metod zaprojektowanych lub rozwijanych w laboratorium

in order to confirm that these methods are appropriate for their intended use.

Validation should be as extensive as necessary for a given application or field of application.

In order to confirm correctly performed measurements and their high quality, it is necessary to document and prove this with the performed validation. The key to a properly conducted validation process in the laboratory is the error and uncertainty value assessment of the measurement determined.

In the case of issues related to the should be, determined:

- what kind of errors can occur
- what measurements can provide information about these errors
- how can this information be obtained
- how much data should be collected to properly assess errors
- what statistical methods will allow to calculate the error rate from the data, and
- what error value range is acceptable,

while in the case of issues related to measurement uncertainty, factors such as:

- the analysts and their qualifications
- environmental conditions that may affect the measurement result
- type of the object, the material, shape and its availability
- measuring method and the number and location of measuring points
- measuring system and its range, sensitivity, resolution and stability
- type of reference sample, its surface condition, stability and uncertainty.

The laboratory should repeat a validation if:

- changes are made to the research methodology
- the test method is to be used in another laboratory
- other control and measurement equipment will be used
- research will be performed by another analyst

### 3. TYPES OF VALIDATION

It is assumed that the validation performed by the manufacturer is the so-called basic validation, while validation performed by the laboratory is called secondary validation.

#### 3.1. Basic validation

Basic validation with its scope (according to the PN 17025:2005 clause 5.4.5.3.) includes:

- specification of requirements – specify the method parameters, under which conditions it is to operate and with what sensitivity,

- metod znormalizowanych wykorzystywanych poza przewidzianym dla nich zakresem
- metod znormalizowanych, które zostały rozszerzone lub zmodyfikowane,

aby potwierdzić, że metody te są właściwe dla zamierzonego zastosowania.

Walidacja powinna być na tyle obszerna na ile jest to konieczne przy danym zastosowaniu lub obszarze zastosowania.

W celu potwierdzenia poprawnie wykonanych pomiarów oraz wysokiej ich jakości niezbędne jest udokumentowanie i udowodnienie tego w oparciu o wykonaną walidację. Kluczem do poprawnie przeprowadzonego procesu walidacji w laboratorium jest ocena wielkości błędu oraz wartość wyznaczonej niepewności pomiaru.

W przypadku zagadnień związanych z błędem należy ustalić:

- jakiego rodzaju błędy mogą wystąpić
- jakie pomiary mogą dostarczyć informacji o tych błędach
- w jaki sposób ta informacja może zostać uzyskana
- ile danych należy zgromadzić, aby właściwie oszacować błędy
- jakie metody statystyczne pozwolą z uzyskanych danych obliczyć wielkość błędu, oraz
- jaka wielkość błędu jest możliwa do zaakceptowania,

natomiast w przypadku zagadnień związanych z niepewnością pomiaru, takie czynniki jak:

- laborant i jego kwalifikacje
- warunki środowiskowe, które mogą mieć wpływ na wynik pomiaru
- rodzaj obiektu, jego materiał, kształt oraz jego dostępność
- metoda pomiarowa oraz ilość i położenie punktów pomiarowych
- układ pomiarowy oraz jego zakres, czułość, rozdzielczość i stabilność
- rodzaj wzorca jego stan powierzchni, stabilność i niepewność.

Laboratorium powinno wykonać ponowną walidację w przypadku, gdy:

- przeprowadza się zmiany w metodyce badawczej
- dana metoda badawcza ma być wykorzystywana w innym laboratorium
- zostanie wykorzystywana inna aparatura kontrolno-pomiarowa
- badania będą przeprowadzone przez innego analityka.

### 3. RODZAJE WALIDACJI

Przyjmuje się, że walidacja przeprowadzona przez producenta to tzw. walidacja podstawowa, natomiast

- determining the method characteristic features – to examine, in accordance with recommendations of the ordering organizations, the following parameters: analytical sensitivity, linearity, precision for repeatability and reproducibility, resistance to external factors, possible interference, limits of detection and determination,
- checking if the specified requirements can be met by the method used,
- confirming the applicability of the validation method.

### 3.2. Secondary validation

The task of secondary validation is to assess whether a given measurement method with its parameters can be used in routine laboratory work.

It is performed to confirm that the process is capable of producing a good product and continue to produce good products over longer periods of time.

## 4. VERIFICATION AND VALIDATION

**Verification** is a one-time process performed to establish or confirm the expected process performance before using it in the laboratory. It is a confirmation by providing objective evidence that the specified requirements have been met. The objective evidence may be the result of an inspection or other form such as an alternative calculation or document review. It is a one-time process performed as a test in a given laboratory.

The activities carried out as part of the verification are sometimes referred to as the qualification process. The word "verified" is used to indicate the associated status.

Verification is often not enough to tell whether the product meets the expectations placed on it. For this purpose, it is necessary to confront the original requirements in relation to the product and check whether the customer's expectations have been met, so a validation should be performed.

**Validation** is performed to confirm that the process is capable of producing a good product, which is based on the process capability index. It is examined whether the process is capable of continuously producing good products, whether it is effective (efficient) and whether the production rate will ensure a regular delivery of parts to the customer.

The EN/PN 17025:2005 point 5.4.5.2 standard recommends that one of the following techniques should be used to determine the applicability of the validation method:

- calibration using reference pattern or reference material
- comparison of results obtained with other methods
- inter-laboratory results comparisons

walidacja przeprowadzona przez laboratorium to tzw. walidacja wtórna.

### 3.1. Walidacja podstawowa

Walidacja podstawowa swoim zakresem (zgodnie z zapisem normy PN 17025:2005 rozdz. 5.4.5.3.) obejmuje:

- specyfikację wymagań — należy określić parametry metody, w jakich warunkach ma ona działać oraz z jaką czułością
- określenie cech charakterystycznych metody — zbadanie zgodnie z zaleceniami organizacji zalecających następujących parametrów: czułość analityczną, liniowość, precyzję dla powtarzalności i odtwarzalności, odporność na czynniki zewnętrzne, możliwe interferencje, granice wykrywalności i oznaczalności
- sprawdzenie, czy wyspecyfikowane wymagania mogą być spełnione przez stosowaną metodę,
- stwierdzenie o przydatności metody walidacji.

### 3.2. Walidacja wtórna

Zadaniem walidacji wtórnej jest dokonanie oceny czy dana metoda pomiarowa z jej parametrami może być stosowana w rutynowej pracy laboratorium.

Wykonuje się ją w celu potwierdzenia, że proces jest zdolny wyprodukować dobry wyrób i czy proces jest zdolny stale produkować dobre wyroby.

## 4. WERYFIKACJA A WALIDACJA

**Weryfikacja** jest to proces jednorazowy, przeprowadzany w celu ustalenia lub potwierdzenia oczekiwanej wydajności procesu, przed zastosowaniem go w laboratorium. Jest potwierdzeniem przez przedstawienie dowodu obiektywnego, że zostały spełnione wyspecyfikowane wymagania. Dowód obiektywny może być wynikiem inspekcji lub innej formy takie jak przeprowadzenie alternatywnych obliczeń lub przegląd dokumentów. Jest procesem jednorazowym wykonywanym jako test w danym laboratorium.

Działania przeprowadzane w ramach weryfikacji są nazywane czasem procesem kwalifikacji. Do oznaczenia związanego z tym statusem używa się słowa „zweryfikowany”.

Wykonanie weryfikacji to często za mało, aby stwierdzić, że wyrób spełnia pokładane w nim nadzieje. W tym celu trzeba dokonać konfrontacji z pierwotnymi wymaganiami w stosunku do wyrobu i sprawdzić, czy oczekiwania klienta zostały spełnione, czyli należy dokonać walidacji.

**Walidację** prowadzi się w celu potwierdzenia, że proces jest zdolny wyprodukować dobry wyrób, używając wskaźnika zdolności procesu. Bada się, czy proces jest zdolny stale produkować dobre wy-

- systematic results assessment affecting the result
- results uncertainty assessment based on the scientific understanding of the theoretical basis of the method as well as practical experience.

The word "validated" is used to indicate this status. The figure below graphically represents the relationship between verification and validation.

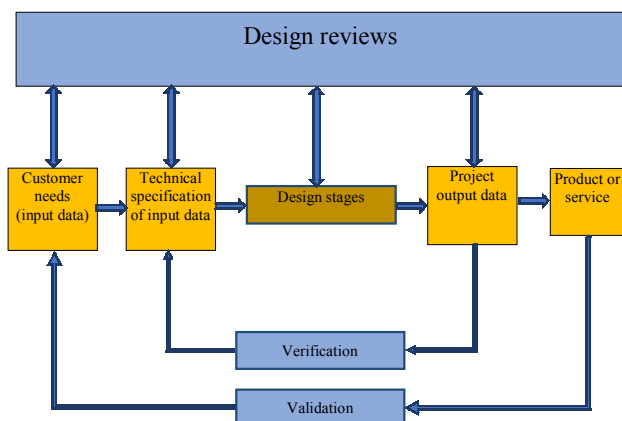


Fig. 1. A graphical representation of the relationship between validation and verification

Rys. 1. Graficzne przedstawienie zależności weryfikacja a walidacja.

The use of well-described and proven methods does not automatically guarantee obtaining reliable results. The same method can achieve different results depending on the qualifications of the personnel or the measuring and research equipment used. Therefore, the laboratory should control the quality of performed tests in order to be able to prove that it is able to meet the acceptance criteria described in the methods it uses.

## 5. VALIDATION STAGES

The process of validating the metrological procedure to confirm the suitability of a given method is associated with the fulfillment of certain conditions.

**The first stage** is the exact characterization of the task to be performed. This step can be performed by both the client and the laboratory as part of specific research and development work. It is necessary to take into account the type of equipment necessary to perform a specific test, to indicate the laboratory staff who will be responsible for conducting the test, and finally to interpret the results.

**The second stage** consists of determining the parameters requirements that should be provided by the laboratory after the tests have been completed. In this step, choices need to be made regarding the method (already existing or new) and parameters that will be estimated during the validation of the analytical method and their acceptance criteria. Choosing the number of parameters will allow

roby, czy jest efektywny (wydajny) i czy tempo wytwarzania zapewni rytmiczne dostawy części do klienta.

Norma EN/PN 17025:2005 pkt. 5.4.5.2 zaleca, aby do określenia możliwości metody walidacji przyjąć jedną z niżej wymienionych technik:

- wzorcowanie z wykorzystaniem wzorców odniesienia lub materiałów odniesienia
- porównanie wyników uzyskanych innymi metodami
- porównania międzylaboratoryjne
- systematyczna ocena wyników wpływająca na wynik
- ocena niepewności wyników oparta na naukowym rozumieniu teoretycznych podstaw metody i praktycznym doświadczeniu.

Do oznaczenia związanego z tym statusem używa się słowa „zwalidowany”.

Na poniższym rysunku przedstawiono w sposób graficzny zależność pomiędzy weryfikacją i walidacją.

Stosowanie dobrze opisanych i sprawdzonych metod nie daje automatycznie gwarancji uzyskania rzetelnych wyników. Tą samą metodą można uzyskać różne wyniki w zależności od kwalifikacji personelu lub stosowanego wyposażenia pomiarowo-badawczego. Dlatego też, laboratorium powinno kontrolować jakość wykonywanych badań, aby móc udowodnić, że jest w stanie spełnić kryteria akceptacji opisane w stosowanych przez siebie metodach.

## 5. ETAPY WALIDACJI

Proces walidacji procedury metrologicznej w celu potwierdzenia przydatności danej metody wiąże się ze spełnieniem określonych warunków.

**Pierwszym etapem** jest dokładna charakteryzacja zadania, które ma zostać wykonane. Ten krok może być określony zarówno przez klienta jak i przez laboratorium w ramach konkretnej pracy badawczo-rozwojowej. Należy uwzględnić rodzaj wyposażenia niezbędnego do wykonania określonego badania wskazać personel laboratorium, który będzie odpowiedzialny za przeprowadzenie badania oraz interpretację wyników.

**Drugi etap** polega na ustaleniu wymagań dotyczących parametrów, które powinny zostać dostarczone przez laboratorium po zakończeniu badań. W kroku tym należy dokonać wyborów dotyczących metody (już istniejącej, bądź opracowania nowej) i parametrów, które zostaną oszacowane w trakcie walidacji metody analitycznej oraz ich kryteria akceptacji. Wybór liczby parametrów pozwoli na określenie czasu wykonywania danej walidacji.

**Etap trzeci** zawiera porównanie uzyskanych wyników z wymaganiami postawionymi w etapie pierwszym procesu walidacyjnego. Polega on na ocenie metody, na podstawie której dochodzi do decyzji

determining the time of performing a given validation.

**The third stage** contains a comparison the obtained results with the requirements set in the first stage of the validation process. This consists of evaluating the method and using it to decide whether the method is suitable or a different method should be sought. If the method is accepted, revalidation criteria should also be specified. The last step in the validation process is the preparation of a protocol containing all the necessary information regarding the metrological method.

## **6. PARAMETERS ASSESSED DURING VALIDATION**

As mentioned in the previous section, the selection of parameters that will be evaluated during validation is required. It is not necessary to always perform the whole validation process of the metrological procedure. It should then be determined which parameter should be taken into account for the validation process. The more validation parameters are used, the more time is needed to perform the validation process. The more restrictive limit values are adopted, the more often the given analytical procedure should be checked, calibrated or even revalidated. Parameters taken into account during validation has been described in section below.

### **6.1. PRECISION**

Precision is the compability between individual results of a measurement series obtained with a given method. The standard deviation is usually the measure of precision, and the concept itself includes two others, i.e.:

- repeatability – consistency of results obtained in a short period of time, on the same test object, in the same laboratory, by the same operator, under the same conditions, using the same equipment
- reproducibility – checking whether the method leads to the same results for the same object in different laboratories, with different staff, over a longer time, in different conditions, using the same or different equipment, but with the parameters as required in the method description. Intra-laboratory or inter-laboratory reproducibility can be distinguished, depending on whether the tests were performed in one laboratory, or two, or more.

### **6.2. ACCURACY**

Accuracy is otherwise the compability between the measurement result and the true value of the measured quantity. It should be checked with appropriate control equipment and through inter-laboratory comparisons. The measure of accuracy of the metrological method is the total systematic error, i.e. the difference between the test result and the reference value.

o przydatności metody, bądź o poszukiwaniu innej. W przypadku zaakceptowania metody należy również określić kryteria rewalidacji. Ostatnim krokiem przebiegu walidacji jest sporządzenie protokołu, zawierającego wszystkie niezbędne informacje dotyczące metody metrologicznej.

## **6. PARAMETRY OCENIANE PODCZAS WALIDACJI**

Jak wspomniano w poprzednim punkcie, wymagane jest aby wybrać parametry, które zostaną ocenione podczas walidacji. Nie jest konieczne, aby zawsze przeprowadzany był cały proces walidacji procedury metrologicznej. Należy wtedy określić, który z parametrów powinien być wzięty pod uwagę podczas procesu walidacji. Im większą liczbę parametrów walidacyjnych uwzględnimy, tym większy czas na przeprowadzenie procesu walidacji. Im bardziej restrykcyjne przyjmujemy wartości graniczne, tym częściej należy sprawdzać, kalibrować lub nawet rewalidować daną procedurę analityczną. Parametrybrane pod uwagę podczas walidacji opisane poniżej.

### **6.1. PRECYZJA**

Precyzja to zgodność między pojedynczymi wynikami serii pomiarów przy użyciu danej metody. Miarą precyzji jest zazwyczaj odchylenie standardowe, a samo pojęcie obejmuje dwa inne, tzn.:

- powtarzalność – zgodność wyników otrzymanych w krótkim przedziale czasu, na tym samym obiekcie, w tym samym laboratorium, przez tę samą osobę, w tych samych warunkach, z użyciem tego samego wyposażenia
- odtwarzalność – sprawdzenie czy metoda prowadzi do tych samych rezultatów w badaniach tego samego obiektu w różnych laboratoriach, z różnymi osobami, w długim okresie czasu, w innych warunkach, z użyciem różnego lub tego samego wyposażenia, ale z zachowaniem parametrów wymaganych w opisie metody. Wyróżnić można odtwarzalność wewnątrz laboratoryjną lub międzylaboratoryjną, w zależności od tego, czy badania były przeprowadzane w jednym laboratorium czy w dwóch lub więcej.

### **6.2. DOKŁADNOŚĆ**

Dokładność to inaczej zgodność między wynikiem pomiaru a prawdziwą wartością prawdziwą wielkości mierzonej. Należy ją sprawdzać odpowiednim wyposażeniem kontrolnym oraz poprzez porównania międzylaboratoryjne. Miarą dokładności metody metrologicznej jest całkowity błąd systematyczny, czyli różnica między wynikiem badania a wartością odniesienia.

### 6.3. ROBUSTNESS

Measurement robustness is determined based on the influence of conditions changes on the measurement results. Variable conditions may indicate inaccurate measurement tools, inaccuracies in the performance of a given measurement procedure, or the occurrence of random factors.

### 6.4. UNCERTAINTY

Uncertainty is an important element of validation i.e. a parameter associated with the measurement result, defining the spread of the value in which the true value of the measured quantity is located.

### 6.5. ELASTICITY / TOLERANCE

The method reliability after the introduction of small deliberate parameter changes is referred to as method elasticity or tolerance. In the case of measurements sensitive to changes in metrological conditions, they should be adequately controlled or accurately described in the procedure.

## 7. VALIDATION PROTOCOL

After completing the laboratory activities, the source documentation and results of the measurements performed must be completed. The decision on how to record the results of the performed validation belongs to the given laboratory. The results can be presented in descriptive form or as a table. Summary of the analytical procedure validation process is the preparation of the final protocol, which should contain:

- description of the research method used
- subject and purpose of the procedure (scope of applicability)
- the aim of the study
- a list of all measuring instruments used for the test (name, type, manufacturer) together with their characteristics (dimensions, accuracy class, etc.) and block diagrams for complicated equipment sets
- the necessary safety precautions
- a detailed description of the ambient conditions during the measurements
- parameters of the analytical procedure
- relevant drawings and diagrams
- compliance of the determined parameters with pre-defined limit values and standards
- a list of critical parameters, i.e. parameters whose minor value changes can lead to significant changes in the final result (parameters derived from defining the procedure's robustness)
- criteria to meet in the case of revalidation
- description of the results quality control procedure (in the case of routine analyzes)
- used literature

### 6.3. ODPORNOŚĆ

Wpływ zmiany warunków na wyniki pomiarów określa odporność. Zmienne warunki mogą oznaczać niedokładność narzędzi pomiarowych, nieściśłość w wykonywaniu danej procedury pomiarowej lub wpływ czynników losowych.

### 6.4. NIEPEWNOŚĆ

Istotnym elementem walidacji jest niepewność, czyli parametr związany z wynikiem pomiaru, określający rozrzut wartości, w którym znajduje się wartość prawdziwa wielkości mierzonej.

### 6.5. ELASTYCZNOŚĆ / TOLERANCYJNOŚĆ

Niezawodność metody po wprowadzeniu niewielkich celowych zmian parametrów jest określane mianem elastyczności bądź tolerancyjności. W przypadku pomiarów wrażliwych na zmiany warunków metrologicznych, powinny być one odpowiednio kontrolowane lub dokładnie opisane w procedurze.

## 7. PROTOKÓŁ WALIDACJI

Po zakończeniu działań laboratoryjnych należy skompletować całą dokumentację źródłową i wyniki przeprowadzonych pomiarów. Decyzja o sposobie zapisywania wyników z przeprowadzonej walidacji należy do laboratorium. Wyniki mogą zostać przedstawione w postaci opisowej lub tabeli. Podsumowaniem procesu walidacji procedury analitycznej jest sporządzenie protokołu końcowego, który powinien zawierać:

- opis zastosowanej metody badawczej
- przedmiot i przeznaczenie procedury (zakres stosowalności)
- cel badania
- spis wszystkich przyrządów pomiarowych wykorzystanych podczas przeprowadzania badania (nazwa, typ, producent) wraz z ich cechami charakterystycznymi (wymiały, klasa dokładności itp.) oraz schematy blokowe w przypadku skomplikowanych zestawów aparaturowych
- konieczne środki ostrożności
- szczegółowy opis warunków towarzyszących podczas przeprowadzania pomiarów
- parametry procedury analitycznej
- odpowiednie rysunki i wykresy
- zgodność wyznaczonych parametrów z założonymi wcześniej wartościami granicznymi oraz normami
- wykaz parametrów krytycznych, tzn. takich, których niewielkie wahania mogą znacząco spowodować zmiany w wyniku końcowym (parametry pochodzące z określenia odporności procedury)
- kryteria, które należy spełnić w przypadku rewalidacji

- summary and conclusions
- data of the staff performing and verifying the validation process
- signatures of persons authorized to approve the method validation.

The following are examples of validation protocol elements belonging to the measurement procedure PM-01 for the calibration of internal meters for electrical measurements. The validation was carried out using the results included in the calibration protocol of the V541 digital voltmeter in the alternating voltage range of up to 100 V at 50 Hz.

		1	2	3	4	5
Krok 1	V	0,00145	0,015	0,015	0,015	0,015
Krok 2	V	10	25	50	75	100
K.13. Średnia arytmetyczna odczytów wielkości mierzonej						
Krok 13	V	10,050	25,059	50,070	75,082	100,101
K.14. Błąd wskazania miernika wzorcowanego						
Krok 14	V	0,050	0,059	0,070	0,082	0,101
K.15. Niepewn. stand. - rozdzielczość miernika wzorcowanego						
Krok 15	V			0,00289		
K.16. Niepewn. stand. - dokładność wzorca						
Krok 16	V					
	(K3-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K4-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K5-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K6-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K7-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K8-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K9-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K10-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K11-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	(K12-K13)/2	0,000000	0,000001	0,000000	0,000004	0,000001
	suma	0,000000	0,000000	0,000000	0,000180	0,000090
	n(n-1)			90		
	iloraz	0,00000000	0,00000100	0,00000000	0,00000178	0,00000100
	pieniastek	0,00000000	0,00100000	0,00000000	0,00133417	0,00100000
K.17. Niepewność całkowita						
Krok 17	V					
	K1*2	0,000002102	0,000225000	0,000225000	0,000225000	0,000225000
	K15*2			0,000008352		
	K16*2	0,000000000	0,000001000	0,000000000	0,000001780	0,000001000
	suma	0,000010454	0,000234352	0,000233352	0,000235132	0,000234352
	pieniastek	0,003233264	0,015308559	0,015275863	0,015334000	0,015308559
K.18. Niepewność rozszerzona - k=2						
Krok 18	V	0,006486528	0,030617118	0,030551728	0,030668000	0,030617118
Używana w obliczeniach wartość: pieniastek(3): 1,73						

Fig. 2. The table of manually performed calculations

Rys. 2. Przebieg obliczeń wykonywanych ręcznie

Figure 2 presents the results of manually performed calculations step by step, while Figure 3 contains a comparison of the results obtained using the Excel sheet to those made manually, and calculates the difference between the results obtained by these two methods.

From the obtained results it can be concluded that the difference between calculations made manually and calculations made with Excel sheet is in each case zero.

## Bibliography / Bibliografia

- [1] Norma PN-EN ISO-IEC 17025:2005+Ap1:2007. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- [2] Norma PN-EN ISO/IEC 10012:2004. Systemy zarządzania pomiarami. Wymagania dotyczące procesów pomiarowych i wyposażenia pomiarowego.

- opis procedury kontroli jakości wyników (w przypadku analiz rutynowych)
- spis wykorzystywanej literatury
- podsumowanie i wnioski
- dane osób wykonujących i sprawdzających proces walidacji
- podpisy osób upoważnionych do zatwierdzenia walidacji metody.

Poniżej przedstawiono przykładowe elementy protokołu walidacji, należącego do procedury pomiarowej PM-01 dotyczącej wzorcowania wewnętrznego mierników do pomiarów elektrycznych. Walidację przeprowadzono na wynikach zamieszczonych w protokole wzorcowania woltomierza cyfrowego typu V541 w zakresie do 100 V napięcia przemiennego o częstotliwości 50 Hz.

Krok 13						
szablon	10,050	25,059	50,070	75,082	100,101	
ręcznie	10,050	25,059	50,070	75,082	100,101	
różnica	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
Krok 14						
szablon	0,050	0,059	0,070	0,082	0,101	
ręcznie	0,050	0,059	0,070	0,082	0,101	
różnica	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
Krok 15						
szablon			0,00289			
ręcznie			0,00289			
różnica			0,00000			
Krok 16						
szablon	0,00000	0,00100	0,00000	0,00133	0,00100	
ręcznie	0,00000	0,00100	0,00000	0,00133	0,00100	
różnica	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
Krok 17						
szablon	0,00323	0,01531	0,01528	0,01533	0,01531	
ręcznie	0,00323	0,01531	0,01528	0,01533	0,01531	
różnica	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	
Krok 18						
szablon	0,0065	0,0306	0,0306	0,0307	0,0306	
ręcznie	0,0065	0,0306	0,0306	0,0307	0,0306	
różnica	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	

Fig. 3. Comparison of the results of manual calculations and in the validation template

Rys. 3. Porównanie wyników obliczeń wykonanych ręcznie i w walidowanym szablonie

Na rysunku 2 przedstawiono wyniki obliczeń wykonywanych ręcznie krok po kroku, natomiast rysunek 3 zawiera zestawienie wyników uzyskanych z wykorzystaniem arkusza excel i tych wykonanych ręcznie oraz obliczenia różnicy pomiędzy wynikami tych dwóch metod.

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że różnica pomiędzy obliczeniami wykonanymi ręcznie, a obliczeniami wykonanymi z wykorzystaniem arkusza excel w każdym przypadku wynosi zero.

- [3] Dokument DA-06 – Polityka dotycząca zapewnienia spójności pomiarowej. PCA, Warszawa 2011
- [4] Dokument DAP-04 - Akredytacja laboratoriów wzorcujących. Wymagania szczegółowe. PCA, Warszawa 2012
- [5] Dokument DAB-07 - Akredytacja laboratoriów badawczych. Wymagania szczegółowe. PCA, Warszawa 2012
- [7] PKN-ISO/IEC Guide 99:2010. Międzynarodowy słownik metrologii. Pojęcia podstawowe i ogólne terminy z nimi związane (VIM)
- [8] ILAC-P10:01/2013. Polityka ILAC dotycząca spójności pomiarowej wyników pomiarów
- [9] PN-EN ISO 9001, Systemy zarządzania jakością – Wymagania.
- [10] Problemy z walidacją, Barbara Grabowska, Inżynieria Jakości – Red. Zesp. pod kierownictwem prof. dr inż. hab. Jana Bagińskiego, Warszawa.  
<http://home.agh.edu.pl/~kca/Walidacja%20-%20raport%20z%20walidacji.pdf>
- [11] Proces walidacji metody pomiarowej jako przykład zastosowania statystycznej kontroli jakości z wykorzystaniem pakietu Statistica, Angelina Rajda.  
[https://media.statsoft.pl/\\_old\\_dnn/downloads/proces\\_walidacji\\_metody\\_pomiarowej.pdf](https://media.statsoft.pl/_old_dnn/downloads/proces_walidacji_metody_pomiarowej.pdf)
- [12] Prezentacja, Jak wyznacza się parametry walidacyjne – Przykład walidacji procedury analitycznej, Piotr Konieczka, Politechnika Gdańska, Konferencja Zakopane, 29.09-01.10.2010,  
[https://msspektrum.pl/sympozja/pdfy/su2010\\_parametry\\_walidacyjne\\_konieczka.pdf](https://msspektrum.pl/sympozja/pdfy/su2010_parametry_walidacyjne_konieczka.pdf)
- [13] Prezentacja, Walidacja metod analitycznych – Raport z walidacji, Małgorzata Jakubowska, Katedra Chemii Analitycznej WIMiC AGH  
<http://home.agh.edu.pl/~kca/Walidacja%20-%20raport%20z%20walidacji.pdf>
- [14] Wybrane aspekty walidacji metod analitycznych, Robert Gąsior, Instytut Zootechniki – PIB, Centralne Laboratorium w Aleksandrowicach  
[https://wz.izoo.krakow.pl/files/WZ\\_2007\\_3\\_art09.pdf](https://wz.izoo.krakow.pl/files/WZ_2007_3_art09.pdf)
- [15] Walidacja a weryfikacja metody pomiarowej, Dorota Kołakowska, Międzyuczelniana Konferencja Metrologów, Szczecin - Kopenhaga, 10-12 września 2018  
[http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:DuIvdMV3drkJ:yadda.icm.edu.pl/yadda/element/bwmetal.element.baztech-0ef2a06a-8dd8-4dc6-a415-9158a42c07dc/c/19\\_ZN\\_WEiAPG\\_59.pdf+&cd=1&hl=pl&ct=clnk&gl=pl](http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:DuIvdMV3drkJ:yadda.icm.edu.pl/yadda/element/bwmetal.element.baztech-0ef2a06a-8dd8-4dc6-a415-9158a42c07dc/c/19_ZN_WEiAPG_59.pdf+&cd=1&hl=pl&ct=clnk&gl=pl)