



AUSWAHL, VERIFIZIERUNG UND VALIDIERUNG VON VERFAHREN

Gundlagen

Definition und Anforderungen an die Auswahl, Verifizierung und Validierung von Verfahren werden in den Abschnitten 3.8, 3.9 sowie 7.2 der Norm ISO/IEC 17025:2017 (DIN EN ISO/IEC 17025 2018-03) beschrieben.

Verifizierung:

Normative Verfahren benötigen eine Verifizierung, um zu belegen, dass das Labor in der Lage ist, die angegebenen Verfahren durchführen zu können. Verifizierung ist ein Verfahren, mit dem das Labor darlegt, dass es in der Lage ist, ein normatives Verfahren mit einem akzeptablen Leistungsniveau wiederholt durchzuführen. Die Verifizierung unter Laborbedingungen wird durch die Einhaltung der Systemeignungsspezifikationen ebenso wie durch den Nachweis der Richtigkeit und Genauigkeit oder anderer Verfahrensparameter für diese Art des Verfahrens gezeigt. Für zusätzliche Informationen und Beispiele siehe auch JCGM200:2012 - §2.44

Validierung:

ISO/IEC 17025:2017 – Abschnitt 7.2.2.1: „Das Laboratorium muss die Verfahren validieren, die nicht in normativen Dokumenten festgelegt sind, selbst entwickelte Verfahren und Verfahren nach normativen Dokumenten, die außerhalb ihres vorgesehenen Anwendungsbereiches angewendet werden oder anderweitig modifiziert wurden...“
Für zusätzliche Informationen und Beispiele siehe auch JCGM200:2012 - §2.45

Zu berücksichtigende Faktoren

Auswahl:

Der Kunde kann das anzuwendende Verfahren bestimmen, ansonsten kann das Labor ein geeignetes Verfahren auswählen und den Kunden darüber informieren.

Die Zustimmung des Kunden ist üblicherweise in schriftlicher Form zu geben bzw. kann Bestandteil des Vertrags sein. Wenn von diesem Verfahren abgewichen wird, muss der Kunde unterrichtet werden, außer eine entsprechende Vereinbarung ist bereits Bestandteil des Vertrages.

Abweichungen von einem normativen Verfahren erfordern eine Validierung des Verfahrens.

Verifizierung:

Die Verifizierung soll derart dokumentiert sein, dass damit belegt werden kann, dass das Labor in der Lage ist, die erforderlichen Leistungseigenschaften des Verfahrens zu erreichen. Dies kann einschließen:

- Abschätzung der Wiederholpräzision und/oder Vergleichpräzision
- Eigenschaften der Mess-/Prüfgeräte
- Qualifikation des Bedieners (Schulung, Erfahrung, Kompetenz ...)
- Umgebungsbedingungen
- Materialien oder Reagenzien
- Alle übrigen Eigenschaften, die einen Einfluss auf das Ergebnis haben könnten

Grundsätzliche Fälle sind nachfolgend aufgeführt:

- *Nationale oder internationale normative Verfahren* sollten als validiert angesehen werden. Dennoch muss verifiziert werden, dass in der Laborumsetzung alle Bedingungen eingehalten werden. Dies schließt die angegebene Ergebnisunsicherheit mit ein. Falls die Ergebnisunsicherheit in der nationalen oder internationalen Norm nicht angegeben oder erwähnt wird, sollte das Labor hierzu eigene Betrachtungen anstellen.
- *Selten angewendete Verfahren*. Wenn ein Verfahren nur gelegentlich verwendet wird, sind die Aufrechterhaltung der Kompetenz des Personals bzw. die Tauglichkeit der Geräte zu hinterfragen. In diesem Fall sollte eine Schlussfolgerung getroffen werden, bspw. unter Berücksichtigung der Erfahrung und Ausbildung des Laborpersonals bei ähnlichen Verfahren oder bezüglich der Einfachheit des Verfahrens.



Beispiel: Wenn die Festigkeit und Dimensionsstabilität von 24-Fuß-Containern alle 2 Jahre geprüft wird, sollte berücksichtigt werden, ob das Personal in Mechanik bzw. Festkörpermechanik ausreichend geschult ist und ob andere mechanische Prüfungen in großem Maßstab regelmäßig in dem Laboratorium durchgeführt werden.

Validierung:

Die Vorbereitungsphase einer Validierung kann erheblich verkürzt werden, wenn die erforderliche technische Kompetenz vorhanden ist und ein systematischer Planungsansatz besteht. Ein Ziel ist es zu beurteilen, welche Faktoren am wichtigsten sind und der größten Aufmerksamkeit bedürfen, wobei drei Schritte unterschieden werden können:

- Unterscheidung zwischen Verfahren und Herstellung und Bearbeitung der Probe, einschließlich Probenahme
- Berücksichtigung der Prüf- oder Messfaktoren (Geräte und Kalibrierung, Handhabung der Probe, Prüf- oder Messverfahren, Analyse und Form der Ergebnisse)
- Berücksichtigung zusätzlicher variabler Faktoren (Umgebung, Ausbildung und Erfahrung des Prüfenden, Häufigkeit der Verwendung des Verfahrens)

Die Dokumentation sollte eindeutig die Faktoren beschreiben, die einen signifikanten Einfluss haben und warum und wie sie in der Validierung behandelt wurden. Bedingungen und Grenzen sollten beschrieben werden.

Hinweis: Eine wichtige Unterscheidung besteht darin, dass ein Verfahren gültig, aber nicht notwendigerweise relevant ist, d.h., das erhaltene Ergebnis sagt nichts darüber aus, was wirklich benötigt wird. Viele derartige Beispiele kann man in alten, aber immer noch verwendeten Normen zur Produktprüfung finden.

Die beiden wichtigsten Grundsätze für eine Validierung

Eine Validierung kann man erreichen, wenn die beiden folgenden Grundsätze angewendet werden, oft in Kombination miteinander.

- Verwendung wissenschaftlicher Erkenntnisse und anerkannter Erfahrungen, um die Gültigkeit der beteiligten Faktoren zu beschreiben und zu beweisen.

Beispiel: Die Zeit zur Erreichung eines thermodynamischen Gleichgewichts in einer Klimakammer kann entweder durch eine Dimensionsanalyse nach den Gesetzen des Wärmeflusses oder durch Erfahrungen in ähnlichen Situationen bestimmt werden.

- Falls möglich, Verwendung von Ringversuchen, Eignungsprüfungen oder Referenzmaterialien, um nachzuweisen, dass alle Prüfungen und Analysen im relevanten Messbereich unter Berücksichtigung der Messunsicherheit zum erwarteten Ergebnis geführt haben.

Beispiel: Weitestgehend automatisierte chemische Analysen können durch Referenzmaterialien und Eignungsprüfungen nach dem "Black box"-Prinzip validiert werden.

Verschiedene Verfahren

Das Validierungsverfahren sollte im Zusammenhang mit dem angewendeten Verfahren ausgewählt werden.

Verfahrenserweiterungen oder -abweichungen sind für die Dienstleistungen in innovativen Industriezweigen sehr bedeutsam. Für eine effiziente Akkreditierung mit *flexiblem Geltungsbereich* ist eine derartige Validierung wichtig. In diesem Fall wird empfohlen, wissenschaftliche Erkenntnisse oder Erfahrungen zu nutzen. Die fachliche Kompetenz des Laborpersonals ist entscheidend.

Beispiel: EMV-Untersuchungen in erweiterten Frequenzbereichen müssen auf wissenschaftlichen Erkenntnissen basieren und verlangen darüber hinaus praktische Erfahrungen in einem schalltoten Raum, um mit Hilfe der Antennenausrichtung und -konfiguration die erforderliche Unsicherheit erreichen zu können.



Hausverfahren müssen unter Berücksichtigung einer Kosten-Nutzen-Analyse und in Übereinstimmung mit den Auftraggebern vom Laboratorium selbst validiert werden. Häufig sind solche Verfahren eine Erweiterung oder eine einfache Kombination bekannter Verfahren.

Beispiel: Das Drehmoment, das zum Öffnen des Deckels einer Dose benötigt wird, kann mit einer Messunsicherheit von 3 % beispielsweise einfach bestimmt werden, aber es könnte schwierig sein, eine Messunsicherheit von 1 % zu erreichen. Falls die Variation des Drehmoments bei den geprüften Dosen üblicherweise bei 10 % liegt und beabsichtigt ist, zu prüfen, ob ältere Leute diese Dose öffnen können, sind die 3 % ausreichend.

Validierung ist ein relativer Begriff, und der Umfang sollte immer unter Berücksichtigung der beabsichtigten Verwendung der Ergebnisse gewählt werden. Dies ist in dem o.g. Abschnitt 7.2.2 niedergelegt.

Neues Verfahren

Entsprechend der obigen Ausführungen, muss jedes neue Verfahren vor der Anwendung validiert oder verifiziert werden. Sowohl die Validierung und/oder Verifizierung müssen dokumentiert und freigegeben werden.

Angemessen geeignete Unsicherheit als Teil des Validierungsverfahrens

Die Bestimmung der Unsicherheit wird häufig als kompliziert angesehen und ist nicht immer möglich. Häufig gibt es jedoch einfache Verfahren, um aussagefähige Angaben zur Unsicherheit zu erhalten. Auf der EUROLAB Website (www.eurolab.org) gibt es eine Liste mit nützlichen Dokumenten, die ständig aktualisiert wird (wegen Referenzen den GUM benutzen).

Wenn möglich, könnte die Bestimmung der instrumentellen Unsicherheit und des Ungenauigkeitsziels für die Bewertung mit einbezogen werden (im VIM beschriebene Begriffe).

Hier einige Faustregeln:

- Man sollte immer zwischen der Streuung der Ergebnisse der geprüften Gegenstände (der Repräsentativität einer Probe) und der Streuung der Ergebnisse (Unsicherheit) des Messverfahrens unterscheiden.
- Typ A und Typ B sollten gemäß der Qualität des Beitrags (der Unsicherheit) ausgewählt werden.
- Wenn Typ B Abschätzungen verwendet und kombiniert werden müssen, ist es wichtig, diejenigen zu wählen, die den größten Beitrag liefern. Die anderen (kleiner als 5 % des größten Wertes) können im Allgemeinen vernachlässigt werden.

Bspw. wird bei chemischen Analysen oft eine einzige Unsicherheitskomponente, die *Wiederholpräzision*, verwendet, um bspw. die Konstanz eines Produktionsprozesses zu steuern, obwohl durchaus *systematische Messabweichungen*, die zur Gesamt-Unsicherheit beitragen, vorhanden sein können. In anderen Bereichen, z.B. bei Produkten für sicherheitsrelevante Anwendungen, ist es erforderlich, die Gesamt-Unsicherheit zu verwenden, um die Ergebnisse auf den wahren Wert beziehen zu können.

Ein damit verwandter Begriff ist die Vergleichpräzision, die das Ausmaß der Übereinstimmung beschreibt, wenn mehrere Laboratorien oder Mitarbeiter das gleiche Verfahren über einen bestimmten Zeitraum anwenden.

Hinweis: die Norm ISO/IEC 17025 erwähnt verschiedene Eigenschaften von Verfahren, wie z.B. Robustheit, Empfindlichkeit, Nachweisgrenzen, wobei diese Begriffe sektorspezifisch sind und ihre jeweilige Definition aus dem VIM entnommen werden kann.

Siehe auch:

JCGM 100 (GUM)

JCGM 200 (VIM)