

Metot Validasyonu (5N+1K)

Nedir ?

Bir metodun veya ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır. Bir metodun performansını belirlemek için yapılan test ve ölçme işlemleridir.

Neden?

Metot validasyonun amacı seçilen metodun istenen amaca uygun nitelikte (performansta, kalitede) sonuç verdiğini test etmek ve metodun rutin kullanımı sırasında istenen performansı sağlamanın koşullarını belirlemek ve kontrol altında tutmaktır.

Kimyasal analizlerde analiz metodunun uygulama performansı birçok faktöre bağlıdır. Bu nedenle ölçüm metodunun çok iyi tanımlanması gerekmektedir. Analiz edilen örneğe, analiz edilen bileşenlerin cinsine ve miktarına bağlı olarak farklı metot kullanmak gerekebilmektedir. Belli bir analiz için çok değişik metotlardan hangisinin kullanılacağı analiz edilen örnek cinsine, analiz edilecek bileşenlerin miktarına, günlük yapılacak analiz sayısına, istenen sonucun kalitesine, metodunun uygulama kolaylığına, analiz süresine, analiz maliyetine bağlı olarak yapılacak bir değerlendirme sonucunda belirlenmelidir.

Nasıl?

Metot validasyonunda hangi parametreler test edilmelidir?

Metot Validasyon parametreleri metodun uygulama amacına ve kapsamına bağlı olarak belirlenmelidir.

Genel metot performans parametreleri aşağıda sıralanmıştır.

Metot Validasyon parametreleri;

- Doğruluk (Accuracy)
- Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- Tekrar Üretilebilirlik (Reproducibility)
- Hassasiyet ve Seçicilik (Sensivity/Selectivity)
- Belirleme Sınır(LOD)
- Tayin Sınırı (LOQ)
- Lineerlik (Linearity)

- Metot Sağlamlığı(Robustness and Ruggedness)

Metot uygulama amacına göre Metot Validasyon parametreleri

Parametre	Tanımlama/ Kalitatif	Safılık -Limit	Safık-Miktar	Assay
Doğruluk	-	-	+	+
Tekrarlanabilirlik	-	-	+	+
Tekrar üretilebilirlik	-	-	+	+
Spesifiklik	+	+	+	+
LOD	-	+	-	-
LOQ	-	-	+	-
Lineer Aralık	-	-	+	+
Aralık	-	-	+	+
Sağlamlık	-	-	+	+

Ne zaman?

- ✓ Herhangi bir metot bir laboratuarda ilk defa uygulanacağı zaman
- ✓ Bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman
- ✓ Kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman
- ✓ Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuarda kullanılacağı zaman veya farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı zaman
- ✓ İki metodu karşılaştırmak için
- ✓ Kalite kontrol testleri sonunda metodun performansı belirlenen kontrol sınırları dışına çıktığı zaman yapılmalıdır.

Nerede?

Bir laboratuarda kullanılacak her türlü metot rutin analiz için kullanılmadan önce laboratuvar koşullarında analiz yapan kişiler tarafından valide edilmesi gerekmektedir. Metot validasyonu akredite laboratuvarlar için bir zorunluluktur. Belli bir kalite sistemine uygun çalışan laboratuvarların kullandıkları metotları valide etmeleri gerekmektedir. Kalite sisteminin yaygınlaşması laboratuvarlarda metot validasyonu çalışmalarının yapılmasını zorunlu kılmaktadır.

Kim?

Metot validasyonu bu metodu uygulayacak kişiler tarafından ve/veya metot geliştirme çalışmalarını yapan kişiler tarafından valide edilmelidir. Laboratuarda bir metotla analiz yapan her kişinin metodu valide etmesine gerek olmayabilir. Yeni bir kişi daha önce valide edilen bir metotla analiz yapması gerektiğinde, bu kişi metodu uygulama performansın analiz yapan kişilerle aynı olduğunu gösterecek çalışmaları yaptıktan sonra (metot validasyonunu yapan kişilerle karşılaştırmalı analizler yaparak) analiz yapabilir.

Kaynaklar:

The Fitness for Purpose of Analytical Methods A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics EURACHEM Guide

European cooperation for Accreditation of Laboratories Validation of Test Methods General principles and concepts(EAL-P11)

Validation of Analytical Methods Review and Strategy (LC/GC International February 1998, 96-105)

Analytical Procedures and Methods Validation , DRAFT GUIDANCE U.S. Department of Health and Human Services Food and Drug Administration August 2000 CMC #

Harmonized Guidelines For Singlelaboratory Validation Of Methods Of Analysisi (IUPAC Technical Report) © 2002 IUPAC