



AGENZIA REGIONALE PER LA PREVENZIONE E PROTEZIONE AMBIENTALE DEL VENETO

L'accreditamento dei laboratori per la sicurezza alimentare

I.S.S. - Roma, 25-26 ottobre 2005

“Validazione dei metodi chimici”

Antonio Menditto – ORL Roma
Alessandro Grigato – ARPAV Rovigo

Riferimenti

1. UNICHIM, Manuale n. 179/0: “Linee guida per la validazione di metodi analitici nei laboratori chimici”, Milano (1999)
2. UNICHIM, Manuale n. 197: “Guida alla scelta e all’uso dei materiali di riferimento”, Milano (2003)
3. APLAC TC005 “Interpretation and guidance on the estimation of uncertainty of measurement in testing” (2004), www.aplac.org
4. ARPAER, “Linee guida per la validazione dei metodi analitici e per il calcolo dell’incertezza di misura”, Bologna (2003)
5. CITAC/EURACHEM, “Guide to quality in analytical chemistry” (2002) www.eurachem.ul.pt
6. EURACHEM, “The fitness for purpose of analytical methods”, 1st Ed. (1998) www.eurachem.ul.pt
7. **Dell’Arena N.**, Metodi di prova e taratura nella ISO17025, *Tutto Misure*, **2/04**, 180 (2004)

Validazione

1. Cosa significa?
2. Cosa validare?
3. Come validare?
 1. Progettazione
 2. Parametri



UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2000

5.4.5.1

Validazione

“La validazione è la conferma attraverso esame e l’apporto di evidenza oggettiva che i requisiti particolari per l’utilizzazione prevista siano soddisfatti”

Validazione

The Fitness for Purpose of Analytical Methods

EURACHEM Guide

The Fitness for Purpose of Analytical Methods

A Laboratory Guide to Method Validation
and Related Topics



“Processo di verifica con il quale si controlla se il metodo soddisfa convenientemente i requisiti **prefissati**”

Validazione

1. Cosa significa?
2. Cosa validare?
3. Come validare?
 1. Progettazione
 2. Parametri



UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2000

5.4.5.2 cosa validare?

- ✓ i metodi non normalizzati (*non-standard methods*)
- ✓ i metodi sviluppati/progettati dal laboratorio
- ✓ i metodi normalizzati utilizzati al di fuori del campo di applicazione prefissato
- ✓ estensioni e modifiche di metodi normalizzati



Ma attenzione!



“Il laboratorio deve confermare che può **correttamente eseguire** i metodi normalizzati prima di metterli in opera”

17025 Pto 5.4.2 Scelta dei metodi

**Questo processo è anche chiamato
“Validazione secondaria”
(ISO/TR 13843:2000)**

Compatibilità tra dati di precisione

Va almeno verificata la capacità di eseguire la prova con una precisione (scarto tipo di ripetibilità) **compatibile** con quella del metodo normalizzato

The Fitness for Purpose of Analytical Methods

A Laboratory Guide to Method Validation
and Related Topics



5. When should methods be validated?

5.2 Some degree of validation is always appropriate even when using apparently well – characterised standard or published methods.



HARMONISED GUIDELINES FOR SINGLE-LABORATORY VALIDATION OF METHODS OF ANALYSIS

(IUPAC Technical Report)

3. Method Validation, Uncertainty and QA.

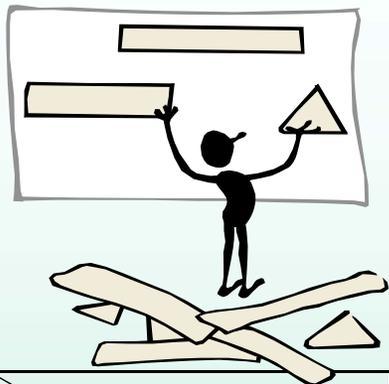
“Strictly speaking, validation should refer to an analytical system rather than an analytical method”

UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2000

5.4.5.3 nota 1

La validazione comprende:

- 1. la specifica dei requisiti***
- 2. la determinazione delle caratteristiche dei metodi***
- 3. un controllo che i requisiti possano essere soddisfatti utilizzando il metodo***
- 4. una dichiarazione relativa alla validità***



U.S. Pharmacopeia
The Standard of Qualitysm

UNICHIM

SCOPO \ PARAMETRO	Qualitativa d'identificazione	Semiquantitativa su tracce	Quantitativa su tracce	Quantitativa e/o confronto con un valore prefissato	Prove di comportamento
Selettività	X	X	X	X	
Esattezza			X	X	
Recupero			X	X	
Ripetibilità			X	X	X
LOD		X	X		
LOQ			X		
Linearità			X	X	
Campo di app			X	X	
Robustezza	X	X	X	X	X

Benchmarking for Analytical Methods: The Horwitz Curve

D.L. Massart, J. Smeyers-Verbeke and Y. Vander Heyden, Vrije Universiteit Brussel, Belgium.

LC*GC Europe October 2005

Analytical chemists are concerned with the quality of their methods and results.

An important question in this context is **whether the precision of a newly developed and validated method is up to standard.**

In other words: is the precision of the newly developed method comparable to what could be expected? This article looks at how the Horwitz equation can answer this.

*Se il metodo normalizzato non riporta la
riproducibilità... la potete stimare con la mia
equazione...*

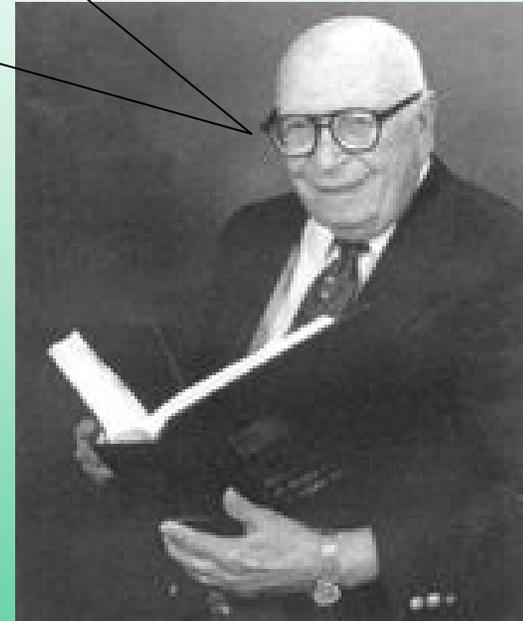
Se la riproducibilità stimata è σ_H
e se vale la seguente relazione:

$$1/2 \sigma_H \leq s_r \leq 2/3 \sigma_H$$

...equivalente alla

$$0,5 \leq s_r / \sigma_H \leq 0,66$$

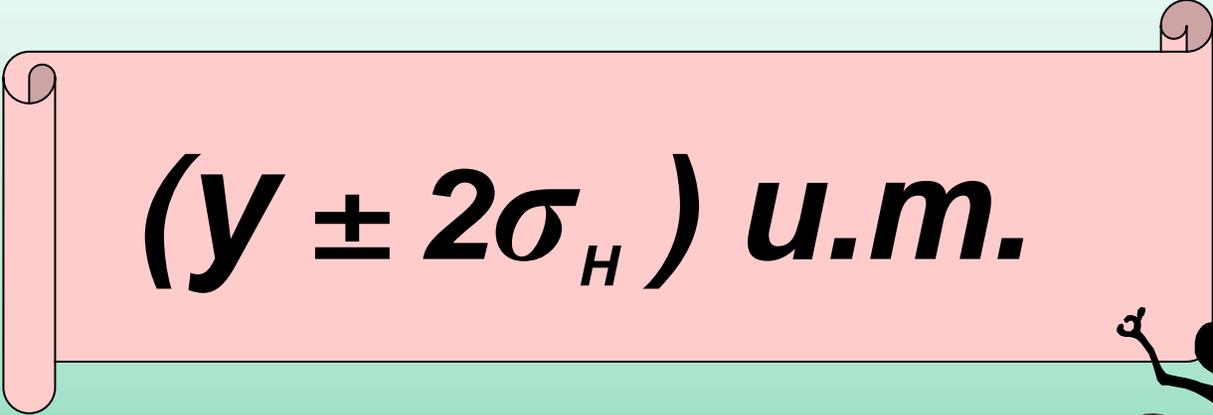
(HORRAT: HORwitz RATio)



Allora.....

La ripetibilità è accettabile e...

Il risultato si esprime così:


$$(y \pm 2\sigma_H) \text{ u.m.}$$



y Valore misurato

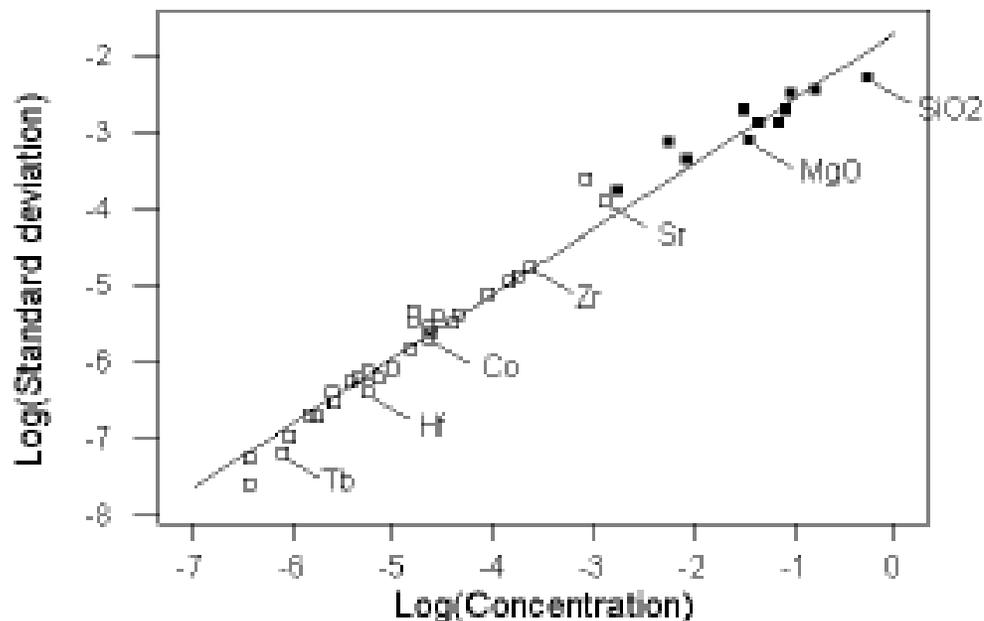
σ_H Scarto tipo di riproduzione secondo Horwitz

$u.m.$ Unità di misura

amc technical brief

Editor: M Thompson AMC Technical Brief No.17 July 2004 © Royal Society of Chemistry 2004

The amazing Horwitz function



.. the function often seems applicable to areas other than food analysis ...analysis of a volcanic glass by laser ablation-inductively coupled plasma mass spectrometry

An explanation of the function?

As well as being useful, the Horwitz Trumpet is a feature of considerable theoretical interest.