# План работ по валидации SP\_Val\_2

### Процесс: PP0002 (“Доплавление колбы. LZM-100.”)

PVPlan\_SP\_Val\_2\_PP0002\_001

### 

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Роль: ФИО | Подпись: | Дата: |
| Роль: ФИО | Подпись: | Дата: |

1. Назначение

В данном документе определяется процесс валидации SP\_Val\_1 специального процесса PP0002 (Доплавление колбы. LZM-100.), определяются критерии выполнения процесса

Проверка выполнения критериев валидации процесса описывается в отчете по валидации.

Выполнение активностей в рамках IQ, OQ, PQ может подтверждаться соответствующими протоколами, либо отдельным пакетом документации по соответствующему этапу, включающему в себя план, протоколы с результатами, отчет.

Данный план распространяется на комбинации факторов процесса, определенные в [Приложении 1](#_Приложение) данного плана.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Вид валидации | Применимость | Основание |
| Новая валидация | ☐ | Новый процесс |
| Ревалидация | ☐ | Причины ревалидации   |  |  | | --- | --- | | Изменение в текущем процессе, которые могут повлиять на качество результата | ☐ | | Негативные тренды в показателях качества | ☐ | | Изменения в продукте, влияющие на процесс | ☐ | | Изменения в комплектующих продукта, не влияющих на процесс, но влияющих на качество результата | ☐ | | Трансфер процесса на новую площадку | ☐ | | Изменение используемого оборудования | ☒ | | Изменение назначения результата | ☐ | |

Валидация выполняется после проведенного ремонта экземпляра оборудования.

1. Описание

<Добавить краткое описание что происходит>

На результаты процесса существенное влияние имеют настройки оборудования, характеристики исходных материалов, опыт оператора, который в настоящее принимает решение об остановке процесса доплавки в режиме on-line.

1. Участники и ответственность

Работы выполняются участниками команды, определенной в документе <добавить документ с указанием участников>

В ходе валидации будут выполняться следующие активности:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № | Активность | Ответственный |
| 1 | Определение критериев соответствия | Команда валидации |
| 2 | Настройка процесса | Технолог |
| 3 | Изготовление образцов в рамках PQ и OQ | Операторы на производстве |
| 4 | Оценка образцов | Технолог |
| 5 | Обзор и отчет по валидации | Команда валидации |

1. Метод валидации

Для валидации процесса обжимки, будет использована методология квалификаций IQ,OQ,PQ.

На этапе IQ будут проведены проверки общих моментов, таких как состояние оборудование, доступность необходимой документации, общие условия места проведения технологических операций, проведение калибровки оборудования и корректность его подключения к инфраструктуре.

Целью этапа OQ будет являться подтверждение возможности достижения необходимых требований к продукту. Также, результатом этапа OQ будет набор параметров работы оборудования, обеспечивающих соответствие продукта предъявляемым к нему требованиям ([Приложение 3](#_Приложение_2)).

Будут подтверждена возможность обеспечения необходимых характеристик продукта и процесса, определены контрольные значения процесса для количественных характеристик продукта.

Информация по плану экспериментов на этапе OQ представлена в [Приложении 4](#_Приложение_1).

На этапе PQ будут проведены работы в целях подтверждения стабильности процесса с способности обеспечивать соответствие продукта требованиям в нормальных условиях и с участием всех обученных операторов. Также будет проанализирована стабильность показателей процесса, а также будет оценена зависимость показателей процесса от оператора. Будут оценены доверительные интервалы итоговых характеристик (CL = 0.95) для каждого из операторов, а в случае, если оператору доступны несколько видов оборудования, то и для каждого из оборудований, если этот фактор будет признан значащим по результатам обработки данных.

1. Критерии соответствия

Для признания валидации процесса успешной, все перечисленные критерии должны выполняться, и их выполнение должно подтверждаться соответствующими записями.

| Фаза | Критерий | Методика проверки | Требование |
| --- | --- | --- | --- |
| IQ | Оборудование обслужено, находится в рабочем и годном для использования при производстве состоянии. | Проверка документации | Имеется план обслуживания оборудования, в котором указано используемое оборудование. |
| Проводится периодическое обслуживание используемого оборудования | Доступны записи с информации о проведенном обслуживании оборудования |
| Вся необходимая для выполнения операции технологическая документация разработана, утверждена и доступна для персонала (РП) | Проверка доступности технологической документации и ее содержания | Рабочая процедура (РП) доступна, и описывает порядок использования оборудования и проверки соответствия результата. |
| Инфраструктура обеспечивает выполнение требований оборудования | Проверка документации | Напряжение сети на месте выполнения работ соответствует требованиям оборудования, имеется защитное заземление. |
| Разработаны, утверждены и доступны операторам инструкции по технике безопасности, необходимые для выполнения работ | Проверка документации и записей | Определены ИТБ, знакомство с которыми обязательно для безопасного использования оборудования |
| OQ | Операторы соответствуют требованиям к квалификации и обучены | Проверка записей внутреннего обучения / тренингов | Все операторы, допущенные к выполнению операций процесса, обучены РИ |
| Обеспечивается возможность изготовления продукта, соответствующего требованиям | Проверка результатов теста образцов | Пакет документации по этапу OQ содержит информацию о результатах тестирования образцов (протоколы тестирования), а также информацию о требованиях к результату процесса. |
| Проверка отчета по этапу OQ | Отчет содержит информацию о результатах тестов, проведенных в целях подбора параметров работы оборудования.  Определены значения настроек оборудования.  Доля соответствующей продукции с одного цикла оплавления составляет не менее 0.8. Вся продукция соответствует требованиям не более чем после 3х циклов оплавления. |
| Определены требования к характеристикам процесса | Определены LCL / UCL, Сpk | Определены значения LCL/UCL для основных численных характеристик продукта, а также определено фактическое значение Cpk |
| PQ | Операторы корректно выполняют операцию в соответствии с РИ | Проверка результатов тестирования образцов | Не менее 80 % образцов соответствуют требованиям без необходимости выполнения операции reworking. |
| Изготовленные образцы продукции соответствуют требованиям | Проверка результатов тестирования образцов | Не менее 99% образцов соответствуют требованиям при не более чем 3-х операциях reworking. |
| Процесс стабилен и выполняются требования к характеристикам процесса | Проверка результатов образцов, изготовленных в течение нескольких дней | Не менее 99% образцов соответствуют требованиям при не более чем 3-х операциях reworking, значения количественных характеристик образцов находятся в диапазоне UCL/UCL. |
| Проведен анализ результатов для определения значимости фактора Оператор. |
| Post validation activities | Определены активности по периодическому контролю процесса | Проверка документов, определяющих методы и частоту периодического контроля в ходе серийного производства | Документация имеется, для каждой из комбинаций определены значения LCL / UCL для соответствующих измеримых характеристик. |

1. Критерии ревалидации

Ревалидация выполняется в случае:

* Изменение состава используемого оборудования
  + Образец установки LZM-100
* Изменение состава продукта
  + Изменение конструкции или материала капиляра

При ревалидации допускается использовать ранее полученные результаты, при этом должна быть проведена оценка их применимости.

1. Оценка рисков при ревалидации

При проведении ревалидации, реализуемые изменения будут оценены на предмет актуальности текущего анализа рисков (PFMEA) и наличия новых рисков, возникающих в связи с изменениями.

Приложение 1. Список комбинаций факторов, на которые распространяется данный план валидации

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Капилляр | | | | Оборудование | | |
| Модель | Материал | Внешний диаметр, D, мкм | Внутренний диаметр, d, мкм | Модель | Номер | Версия ПО |
| ОТ 0111.471-02 | Кварц Suprasil F300 | 1225±25 | 725±25 | Fujikura LZM-100 | 00241 |  |
| ОТ 0111.471-03 | Кварц Suprasil F300 | 1425±25 | 925±25 | Fujikura LZM-100 | 00241 |  |

В случае получения подтверждений о значимости факторов окружающей среды, в частности о значимости уровня относительной влажности фазы «кондиционирования» капилляров, данный фактор будет добавлен в список основных факторов.

Приложение 2. Информация по отдельным компонентам.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение | Внешний вид | Документация |
| Капиляр под защитные колбы для волоконных инструментов, ОТ 0111.471-02/03 |  | Капилляр под защитные колбы ВИ ОТ 0111.471.pdf |
| Fujikura LZM-100 |  | LZM-100 User Manual\_Rev5.2\_2May19 |

Приложение 3. Целевые характеристики продукта процесса.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Характеристика | Тип | Целевое значение |
| Максимальный внешний диаметр (в зоне оплавления), мм | Колич. | ОТ 0111.471-02: не более 1250 мкм  ОТ 0111.471-03: не более 1450 мкм |
| Симметричность формы оплавленного торца | Качеств. | Визуально. Отсутствие существенных отклонений от симметричной формы торца. |
| Наличие сквозного отверстия на торце | Качеств. | Визуально исходное отверстие заплавлено. Отсутствуют переплавления рядом с зоной оплавки (перегрев в зоне формирования торца защитной колбы). |
| Толщина стенки оплавленного торца, мм | Колич. | Не менее 0.2 мм |
| Отсутствие загрязнений внутри колбы (результат испарения клея) | Качеств. | Загрязнения отсутствуют. |

Приложение 4. Оценка необходимого количества образцов.

**На этапе OQ** будет проведена оценка значимости факторов, в том числе настроек оборудования. Работы по подбору параметров будут выполняться наиболее квалифицированным оператором.

При проведении экспериментов будут оценены значимости следующих факторов:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Группа факторов | Фактор | Уровень - | Уровень + | Комментарий |
| Лазер | LP | SP + 290 bit | SP + 330 bit | Уровень мощности источника лазерного излучения во время операции доплавки. |
| LT\_S | 30ms | 40ms | Задержка включения лазера после начала вращения колбы |
| LT\_F | 6000ms | 8000ms | Минимальное время воздействия лазера. Но оператор может нажать Reset для остановки процесса. |
| Вращение | RS | 0,120 гр/ms | 0,145 гр/ms | Скорость вращения колбы |
| OR\_S | 0 | 0 | Настройка не меняется |
| OR\_F | LT\_F + 1000 ms | LT\_F + 2000 ms | Минимальное время вращения. Задача – обеспечить вращение после прекращения воздействия лазера. |

Дизайн эксперимента – Quarter Fractional Design. 25-2, resolution III, число проверяемых комбинаций 8. Alias generators D = AB, E = AC.

Назначение переменных:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Буквенное обозначение | Реальный фактор | Комментарий |
| A | LP / Уровень мощности источника лазерного излучения во время операции доплавки. | Наиболее важный фактор |
| B | RS / Скорость вращения колбы | Второй по важности |
| C | LT\_S / Задержка включения лазера после начала вращения колбы | Средняя важность, участвует в AC |
| D = AB | OR\_F / Минимальное время вращения. Задача – обеспечить вращение после прекращения воздействия лазера. | Менее важный фактор, смешан с AB |
| E = AC | LT\_F / Минимальное время воздействия лазера. Но оператор может нажать Reset для остановки процесса | Наименее важный, смешан с AC |

По итогам – будут определены настройки оборудования, обеспечивающий наилучший уровень качества продукта процесса.

Для каждой из комбинаций будет изготовлено по 3 образца, результаты будут использованы для оценки значимости переменных, общий размер выборки составит 24 образца. Это позволит обеспечить следующие характеристики для обнаружения большого по уровню эффекта для 5-х основных факторов:

Analysis: Compromise: Compute implied α & power

**Input**: Effect size f² = 0.35

β/α ratio = 4

Total sample size = 24

Number of predictors = 5

**Output**: Noncentrality parameter λ = 8.4000000

Critical F = 2.1972163

Numerator df = 5

Denominator df = 18

α err prob = 0.0998294

β err prob = 0.3993177

Power (1-β err prob) = 0.6006823

При необходимости будут изготовлены дополнительные образцы, в целях подбора оптимальных параметров работы оборудования.

Каждый из образцов будет будет промаркирован, идентификатор указан ниже.

План экспериментов:

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Модель капилляра | № опыта | Standard order | A (LP) | B (RS) | C (LT\_S) | D (OR\_F) = AB | E (LT\_F) = AC | ID образцов |
| ОТ 0111.471-02 | 1 | 6 | 1 | -1 | 1 | -1 | 1 | OQ\_qfd\_02\_6\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 2 | 2 | 1 | -1 | -1 | -1 | -1 | OQ\_qfd\_02\_2\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 3 | 3 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 | OQ\_qfd\_02\_3\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 4 | 7 | -1 | 1 | 1 | -1 | -1 | OQ\_qfd\_02\_7\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 5 | 8 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | OQ\_qfd\_02\_8\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 6 | 4 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 | OQ\_qfd\_02\_4\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 7 | 1 | -1 | -1 | -1 | 1 | 1 | OQ\_qfd\_02\_1\_1..03 |
| ОТ 0111.471-02 | 8 | 5 | -1 | -1 | 1 | 1 | -1 | OQ\_qfd\_02\_5\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 9 | 9 | -1 | -1 | -1 | 1 | 1 | OQ\_qfd\_03\_9\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 10 | 16 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | OQ\_qfd\_03\_16\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 11 | 10 | 1 | -1 | -1 | -1 | -1 | OQ\_qfd\_03\_10\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 12 | 12 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 | OQ\_qfd\_03\_12\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 13 | 14 | 1 | -1 | 1 | -1 | 1 | OQ\_qfd\_03\_14\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 14 | 13 | -1 | -1 | 1 | 1 | -1 | OQ\_qfd\_03\_13\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 15 | 15 | -1 | 1 | 1 | -1 | -1 | OQ\_qfd\_03\_15\_1..03 |
| ОТ 0111.471-03 | 16 | 11 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 | OQ\_qfd\_03\_11\_1..03 |

Основные характеристики заготовок капилляра (внешний вид, базовые описательные характеристики) будут также зафиксированы в соответствующих протоколах, в целях оценки значимости характеристик как факторов, влияющих на результат.

Для оценки значимости факторов (настройки программы) – линейная регрессия. По итогам изготовления и анализа характеристик результата изготовленных образцов (2х24 шт = 48 образцов), будет принято решение о целесообразности проведения дополнительных испытаний. При проведении дополнительных испытаний, например в целях оптимизации, либо более детальной оценки влияния меньшего по размерности пространства факторов, план и результаты экспериментов будут также документированы.

**На этапе PQ** – будет проведена оценка значимости фактора Оператор. Для этого будут произведены образцы продукции с зафиксированными настройками оборудования (результат этапа OQ). Для оценки значимости – будет использован Anova анализ. На текущий момент 6 операторов имеют доступ к выполнению операции.

Для оценки необходимого числа образцов использовались следующие данные:

**Input:** Effect size f = 0.4

α err prob = 0.05

Power (1-β err prob) = 0.8

Number of groups = 6

Результаты расчета (ПО – G Power 3.1.9.7, One-way Anova)

**Output:** Noncentrality parameter λ = 14.4000000

Critical F = 2.3231265

Numerator df = 5

Denominator df = 84

Total sample size = 90

Actual power = 0.8225458

Итого, общий размер выборки должен быть не менее 90 шт, соответственно, каждый оператор должен изготовить по 15 образцов (90(шт.)/6(операторов)=15(шт/оператор). Такое количество позволит обнаружить значительный по уровню эффект влияния фактора Оператор на целевую переменную продукта.

Данные операторов:

|  |  |
| --- | --- |
| **Оператор** | **ФИО** |
| A | Черникова О.С. |
| B | Щипкова Е.В. |
| C | Евимова О.С. |
| D | Яцкив А.Ю. |
| E | Провоторова Е.В. |
| F | Коробейникова С. Н. |

При изготовлении образцы будут идентифицированы в соответствии со следующей таблицей:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Оператор | **A** | **B** | **C** | **D** | **E** | **F** |
| Идентификатор образца | OQ\_aov\_A\_1 | OQ\_aov\_B\_1 | OQ\_aov\_C\_1 | OQ\_aov\_D\_1 | OQ\_aov\_E\_1 | OQ\_aov\_F\_1 |
| OQ\_aov\_A\_2 | OQ\_aov\_B\_2 | OQ\_aov\_C\_2 | OQ\_aov\_D\_2 | OQ\_aov\_E\_2 | OQ\_aov\_F\_2 |
| OQ\_aov\_A\_3 | OQ\_aov\_B\_3 | OQ\_aov\_C\_3 | OQ\_aov\_D\_3 | OQ\_aov\_E\_3 | OQ\_aov\_F\_3 |
| OQ\_aov\_A\_4 | OQ\_aov\_B\_4 | OQ\_aov\_C\_4 | OQ\_aov\_D\_4 | OQ\_aov\_E\_4 | OQ\_aov\_F\_4 |
| OQ\_aov\_A\_5 | OQ\_aov\_B\_5 | OQ\_aov\_C\_5 | OQ\_aov\_D\_5 | OQ\_aov\_E\_5 | OQ\_aov\_F\_5 |
| OQ\_aov\_A\_6 | OQ\_aov\_B\_6 | OQ\_aov\_C\_6 | OQ\_aov\_D\_6 | OQ\_aov\_E\_6 | OQ\_aov\_F\_6 |
| OQ\_aov\_A\_7 | OQ\_aov\_B\_7 | OQ\_aov\_C\_7 | OQ\_aov\_D\_7 | OQ\_aov\_E\_7 | OQ\_aov\_F\_7 |
| OQ\_aov\_A\_8 | OQ\_aov\_B\_8 | OQ\_aov\_C\_8 | OQ\_aov\_D\_8 | OQ\_aov\_E\_8 | OQ\_aov\_F\_8 |
| OQ\_aov\_A\_9 | OQ\_aov\_B\_9 | OQ\_aov\_C\_9 | OQ\_aov\_D\_9 | OQ\_aov\_E\_9 | OQ\_aov\_F\_9 |
| OQ\_aov\_A\_10 | OQ\_aov\_B\_10 | OQ\_aov\_C\_10 | OQ\_aov\_D\_10 | OQ\_aov\_E\_10 | OQ\_aov\_F\_10 |
| OQ\_aov\_A\_11 | OQ\_aov\_B\_11 | OQ\_aov\_C\_11 | OQ\_aov\_D\_11 | OQ\_aov\_E\_11 | OQ\_aov\_F\_11 |
| OQ\_aov\_A\_12 | OQ\_aov\_B\_12 | OQ\_aov\_C\_12 | OQ\_aov\_D\_12 | OQ\_aov\_E\_12 | OQ\_aov\_F\_12 |
| OQ\_aov\_A\_13 | OQ\_aov\_B\_13 | OQ\_aov\_C\_13 | OQ\_aov\_D\_13 | OQ\_aov\_E\_13 | OQ\_aov\_F\_13 |
| OQ\_aov\_A\_14 | OQ\_aov\_B\_14 | OQ\_aov\_C\_14 | OQ\_aov\_D\_14 | OQ\_aov\_E\_14 | OQ\_aov\_F\_14 |
| OQ\_aov\_A\_15 | OQ\_aov\_B\_15 | OQ\_aov\_C\_15 | OQ\_aov\_D\_15 | OQ\_aov\_E\_15 | OQ\_aov\_F\_15 |

При OQ и PQ изготовлении каждого из образцов будет дополнительно фиксироваться время от начала процесса до его окончания – t\_process.