



научный центр
экспертизы средств
медицинского применения



PerLek

Оценка валидации аналитических методик АФС, ЛП и вспомогательных веществ. Типичные ошибки. Опыт экспертов

Кулешова Светлана Ивановна, начальник
лаборатории антибиотиков ИЦЭКЛС.

16.11.2022

Федеральное государственное бюджетное учреждение
«Научный центр экспертизы средств медицинского применения»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Представление материалов по валидации методик – основное требование для оценки воспроизводимости и адекватности аналитических процедур, используемых для контроля качества промежуточных и конечных продуктов фармацевтического производства.

Аналитические методики, используемые для контроля качества лекарственных средств, необходимо валидировать.

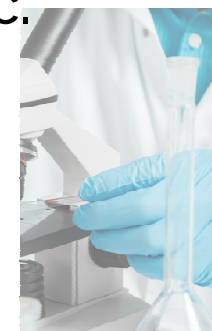
(Руководство по валидации аналитических методик проведения испытания лекарственных средств, утверждено Решением Евразийской экономической комиссии от 17.07.2018 № 113)

Валидационные исследования предназначены для получения достаточных доказательств, подтверждающих, что аналитическая процедура соответствует поставленной цели.

(ICH Q2 (R1) Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology. Geneva, in 2005 incorporated in Q2 (R1))

ТРЕБОВАНИЯ К МАТЕРИАЛАМ ПО ВАЛИДАЦИИ

1. Название методики, статус методики (методика, разработанная в лаборатории, расширение и модификация аттестованной методики, валидированная методика, которую предполагается использовать за пределами целевой области ее применения, и т.д.). Полноценное описание методики с формулами расчёта при их использовании. При необходимости — обоснование конкретных расчётных формул.
2. Дата проведения валидационных мероприятий, перечень исполнителей и сотрудников, утверждающих проведённые исследования, их статус.
3. Источники литературы.



4. Цель исследования (полная валидация методики, верификация рабочих характеристик аттестованной методики), объём валидационного исследования, т.е. рабочие характеристики, которые предполагается оценить.

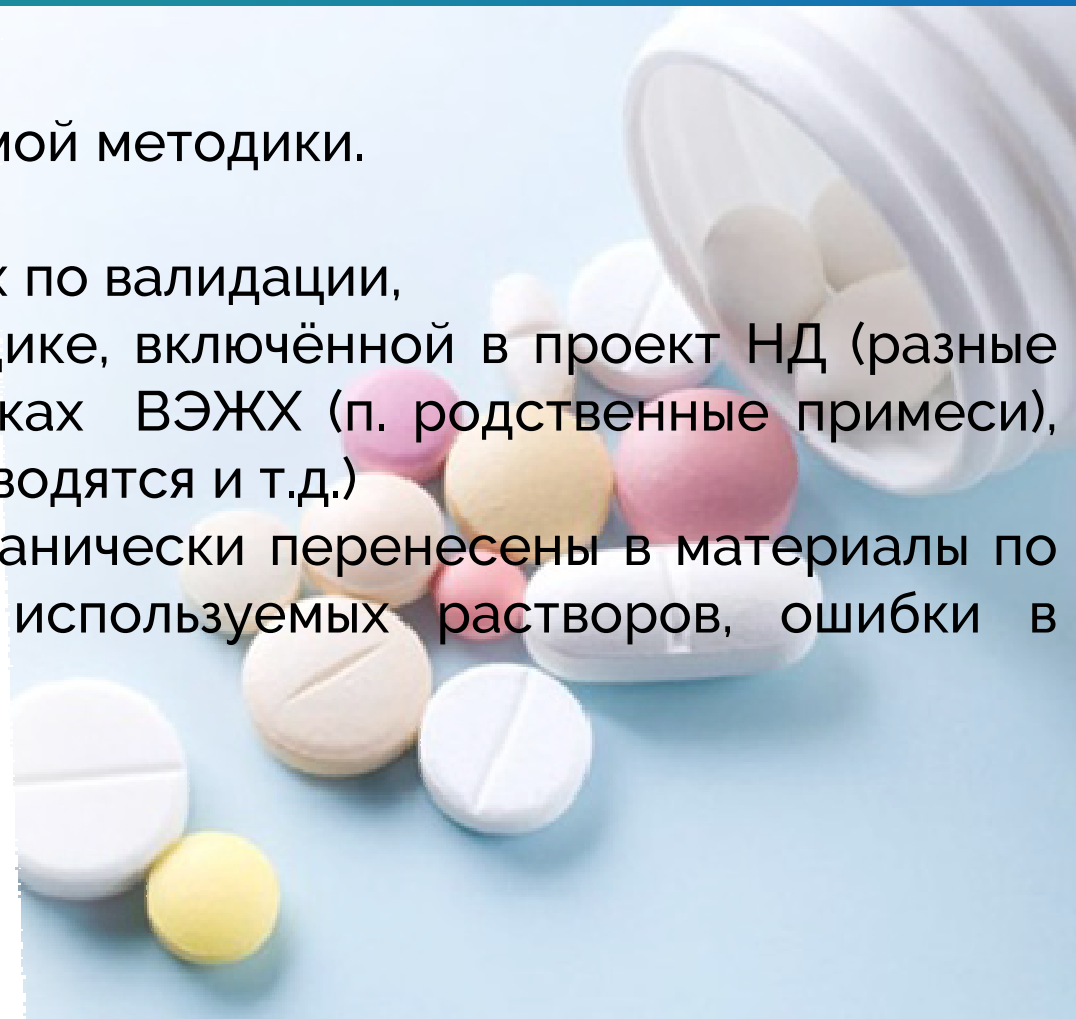
5. Рабочие характеристики, краткое объяснение сути характеристики, специфические требования, эксперименты, обработка полученных результатов с приложением иллюстративного материала, подтверждающего полученные данные, выводы по результатам эксперимента. Каждая рабочая характеристика представляется в отдельном пункте.

6. Подведение итогов и обобщение результатов, на основании которых делается вывод о соответствии или несоответствии методики целевому назначению.



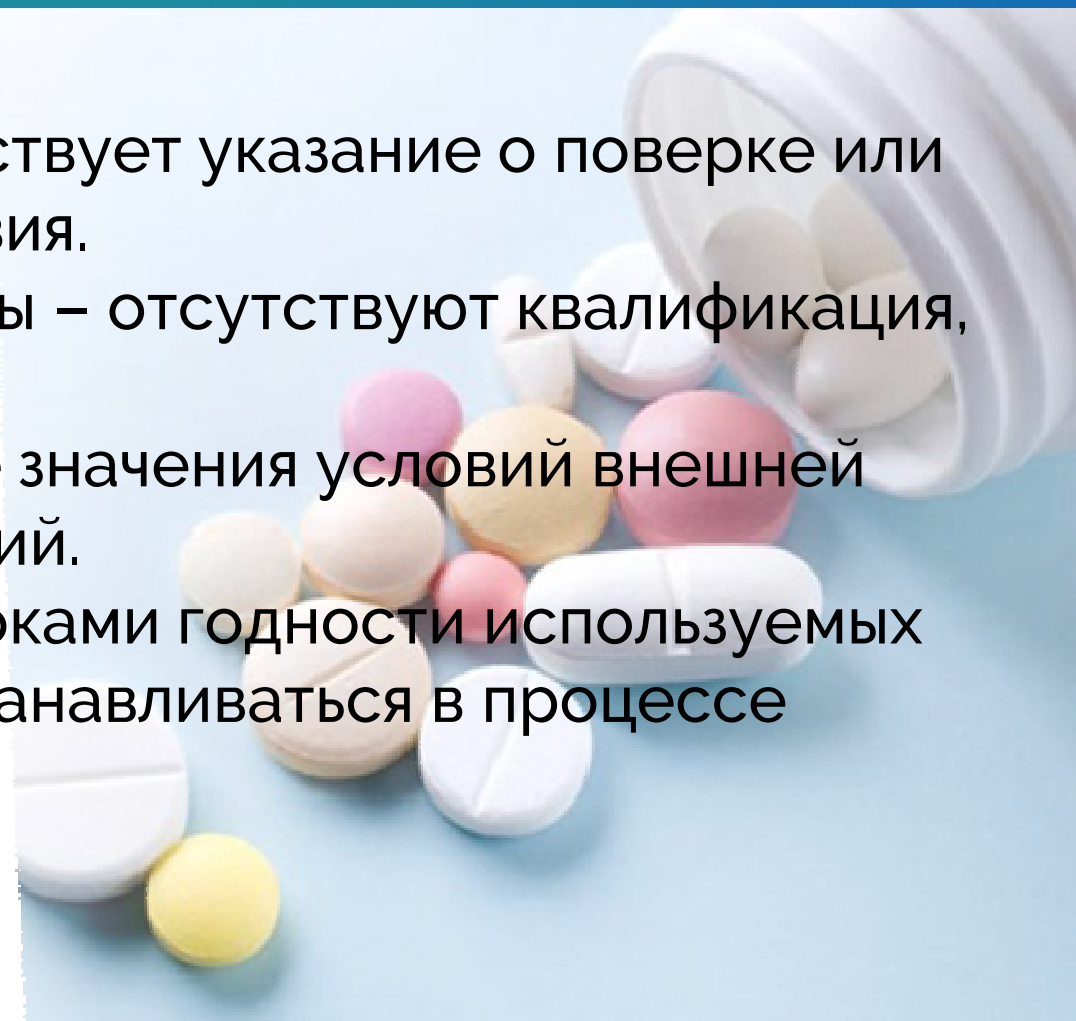
Методика

1. Не приводится описание валидируемой методики.
Не указывается статус методики.
2. Методика, приведённая в материалах по валидации, не соответствует в полной мере методике, включённой в проект НД (разные хроматографические колонки в методиках ВЭЖХ (п. родственные примеси), доказательства эквивалентности не приводятся и т.д.)
3. Недочёты методики проекта НД механически перенесены в материалы по валидации (неверное приготовление используемых растворов, ошибки в формулах и т.д.)



Методика

4. Перечень оборудования - отсутствует указание о поверке или квалификации со сроком действия.
5. Реактивы и стандартные образцы – отсутствуют квалификация, сроки годности.
3. Не прописываются конкретные значения условий внешней среды при проведении испытаний.
4. Методика с уже указанными сроками годности используемых растворов, которые должны устанавливаться в процессе валидации.



Методика

«Микробиологическая чистота», «Стерильность»

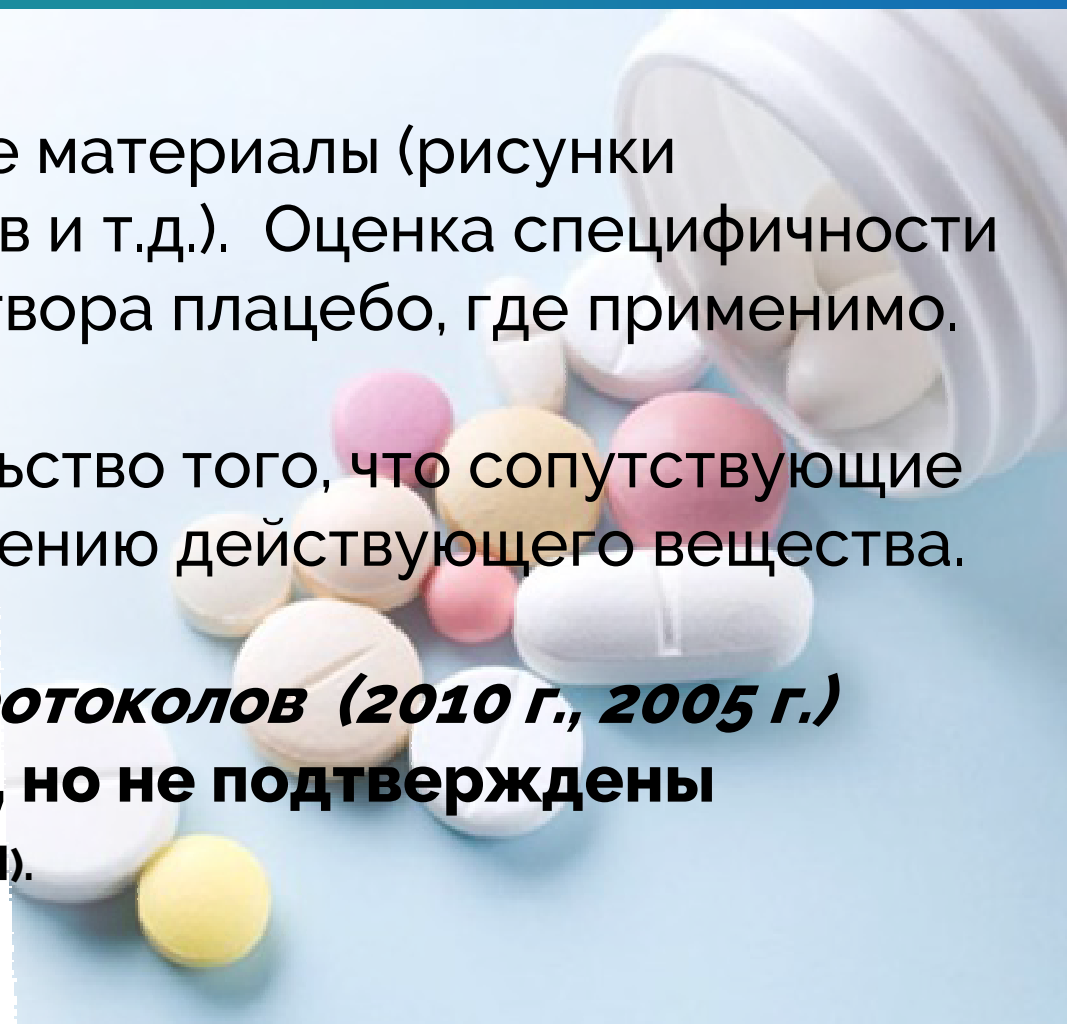
- Данные, подтверждающие или опровергающие антимикробное действие.
- Подтверждение способа снятия антимикробного действия фактическими результатами.



Рабочие характеристики

- Не прилагаются иллюстративные материалы (рисунки хроматограмм, рисунки спектров и т.д.). Оценка специфичности методики – хроматограмма раствора плацебо, где применимо. (п. «Родственные примеси»).
- Тест «Растворение» – доказательство того, что сопутствующие соединения не мешают определению действующего вещества.

***Представление неактуальных протоколов (2010 г., 2005 г.)
(условия в проекте НД изменены, но не подтверждены
валидационными материалами).***





Корректное и аргументированное предоставление материалов по валидации методик необходимо для адекватной оценки методики, которая в дальнейшем будет использоваться при рутинном контроле качества лекарственных средств.

Схематичные валидационные материалы не позволяют экспертам в полной мере оценить достоверность результатов испытаний по методике проекта НД.



СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!



научный центр
экспертизы средств
медицинского применения