

КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Институт фармации

**С.Г. Абдуллина**

**ВАЛИДАЦИЯ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ**

**Учебно-методическое пособие  
для магистрантов по специальности  
33.04.01 «Промышленная фармация»**

Казань  
2023

УДК 615.011.5(075.8)  
ББК 52.81я73  
А13

Печатается по решению  
Центрального координационно-методического совета  
Казанского государственного медицинского университета

Автор:  
доктор фармацевтических наук, профессор Института фармации  
**Абдуллина С.Г.**

Рецензенты:

**Р.Ш. Хазиев**, к.биол.н., доцент Института фармации Казанского государственного медицинского университета  
**А.Ю Ситенков**, к.фарм.н., начальник химико-фармацевтического производства №1 АО «Татхимфармпрепараты»

**Абдуллина С.Г.**

А13 Валидация в фармацевтическом анализе: Учебно-методическое пособие для магистрантов по специальности 33.04.01 «Промышленная фармация» / С.Г. Абдуллина. – Казань: ИД «МедДоК», 2023. – 32 с.

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов магистратуры Института фармации Казанского ГМУ, обучающихся по специальности 33.04.01 – Промышленная фармация. Пособие позволит обучающимся ориентироваться в рабочей программе по дисциплине «Валидация в фармацевтическом анализе», а также на дистанционном курсе «Валидация в фармацевтическом анализе» образовательного портала Казанского ГМУ.

УДК 615.011.5(075.8)  
ББК 52.81я73

© Абдуллина С.Г., 2023  
© Казанский государственный медицинский университет, 2023  
© ООО «Издательский дом «МедДоК», 2023

**СОДЕРЖАНИЕ**

Введение	4
1. Планируемые результаты обучения по дисциплине.....	5
2. Требования к посещаемости.....	7
3. Текущий контроль успеваемости.....	8
4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций.....	8
5. Структура и содержание дисциплины.....	13
6. Тезисы лекций, планы занятий и организация самостоятельной работы.....	14
7. Самостоятельная работа обучающихся.....	25
8. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.....	27
Список использованных источников.....	28

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **УВАЖАЕМЫЕ ОБУЧАЮЩИЕСЯ!**

Вы приступаете к изучению дисциплины «Валидация в фармацевтическом анализе» в Институте Фармации ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. В ходе освоения дисциплин «Фармакопейный анализ» и «Фармацевтическая химия и анализ лекарственных средств» Вы уже сформировали представление о методах фармацевтического анализа лекарственных субстанций и их лекарственных форм, овладели навыками проведения контроля качества лекарственных средств и приобрели умения грамотно интерпретировать полученные результаты. На данном курсе мы рассмотрим валидацию аналитических методик. Теоретические знания мы закрепим на практическом занятии умением грамотно и обоснованно интерпретировать полученные результаты.

Учебно-методическое пособие по дисциплине «Валидация в фармацевтическом анализе» подготовлено в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования по направлению подготовки 33.04.01 Промышленная фармация (уровень магистратуры), утвержденным приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 16 февраля 2017 г. N 143 (зарегистрирован Министерством юстиции Российской Федерации 10 марта 2017 г., регистрационный N 45900), с изменениями и дополнениями от 26 ноября 2020 г., 8 февраля 2021 г.

Дисциплину «Валидация в фармацевтическом анализе» Вы изучаете на 3 курсе в 5 семестре объемом 2 ЗЕ (72 часа). Аудиторная работа состоит из 2-х часовой лекции и 6-ти часовых практических занятий. Самостоятельная работа составляет 64 часа. Изучение дисциплины заканчивается зачётом. Для организации самостоятельной работы мы подготовили для вас вопросы и задания, которые представлены на дистанционном курсе «Валидация в фармацевтическом анализе». Учебно-методическое пособие позволит Вам ориентироваться в рабочей программе по дисциплине «Валидация в фармацевтическом анализе», а также на дистанционном курсе образовательного портала Казанского ГМУ.

Телефон учебно-методического кабинета: 521-37-82.

## 1. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

**Цель** освоения дисциплины «Валидация в фармацевтическом анализе» – развить у магистрантов личностные качества, сформировать общепрофессиональные и профессиональные компетенции в соответствии с требованиями ФГОС ВО. Раскрыть методологию валидации в фармацевтическом анализе на основе общих закономерностей базовых наук и в соответствии с прикладным характером фармацевтической химии с целью выполнения профессиональных задач в области промышленной фармации.

**Задачи** освоения дисциплины:

- Приобретение магистрантами знаний о теоретических основах статистической обработки результатов и валидации в фармацевтическом анализе.
- Изучение магистрантами валидации в фармацевтическом анализе по полученным результатам.
- Освоение магистрантами умений решать ситуационную профессиональную задачу.
- Формирование у магистрантов практических навыков проведения валидации в фармацевтическом анализе

**Изучение дисциплины направлено на  
формирование следующих компетенций:**

Наименование категории (группы) универсальных компетенций	Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора (индикаторов) достижения компетенции	Результаты обучения
1	2	3	4
Общепрофессиональные компетенции	<b>ОПК-4</b> Способен к анализу, систематизации и представлению данных научных исследований в области обращения лекарственных средств	<b>ИОПК 4.3</b> Готовит и анализирует отчеты о научных исследованиях в области обращения лекарственных средств	<b>Знать:</b> основы подготовки и анализа отчетов о научных исследованиях в области обращения лекарственных средств
			<b>Уметь:</b> готовить и анализировать отчеты о научных

			исследованиях в области обращения лекарственных средств
			<b>Владеть:</b> навыками подготовки и анализа отчетов о научных исследованиях в области обращения лекарственных средств
Профессиональные компетенции	<b>ПК-1</b> Осуществляет работы по контролю качества фармацевтического производства	<b>ИПК 1.1</b> Выбирает адекватные методы анализа для контроля качества	<b>Знать:</b> методы анализа для контроля качества
			<b>Уметь:</b> выбирать адекватные методы анализа для контроля качества
			<b>Владеть:</b> применением навыков выбирать адекватные методы анализа для контроля качества
		<b>ИПК 1.2</b> Разрабатывает методику анализа для контроля качества	<b>Знать:</b> основы разработки методики анализа для контроля качества
			<b>Уметь:</b> разрабатывать методику анализа для контроля качества
			<b>Владеть:</b> навыками разрабатывать методику анализа для контроля качества
<b>ИПК 1.3</b> Проводит валидацию методики и интерпретацию	<b>Знать:</b> основы проведения валидации методики и интерпретации результатов		

		результатов	<b>Уметь:</b> проводить валидацию методики и интерпретацию результатов
			<b>Владеть:</b> навыками проводить валидацию методики и интерпретацию результатов
		<b>ИПК 1.4</b> Проводит анализ образцов и статистическую обработку результатов	<b>Знать:</b> основы проведения анализа образцов и статистической обработки результатов
			<b>Уметь:</b> проводить анализ образцов и статистическую обработку результатов
			<b>Владеть:</b> навыками проводить анализ образцов и статистическую обработку результатов

## 2. ТРЕБОВАНИЯ К ПОСЕЩАЕМОСТИ

Ожидается, что Вы будете посещать все учебные мероприятия. Присутствие будет фиксироваться в журналах лекций и практических работ. В случае заболевания или других причин, по которым Вы не сможете присутствовать на занятиях, Вы должны поставить в известность преподавателя, предоставить медицинскую справку. Отработка пропущенных лекций может быть проведена на образовательном портале. Отработка пропущенных практических занятий потребует выполнения всех видов практических заданий, выполненных согласно программе дисциплины на этих занятиях. Для этого надо предупредить лаборанта, чтобы он подготовил задание. Студенты магистратуры, которые пропустили более 50% занятий, должны будут пройти дисциплину повторно.

### 3. ТЕКУЩИЙ КОНТРОЛЬ УСПЕВАЕМОСТИ

Процедура оценивания результатов обучения осуществляется на основе Положения КазГМУ о текущем контроле успеваемости (ТКУ) и промежуточной аттестации обучающихся.

Текущий контроль успеваемости проводится преподавателем, прикрепленным для реализации образовательной программы в конкретной группе. ТКУ подлежат все виды учебной деятельности магистрантов по дисциплине (аудиторная работа, самостоятельная работа). Оценка ТКУ магистрантов на занятии (по отдельной теме) выражается по 10-ти балльной шкале (тесты, собеседование, практические задания) и обязательно отражается в учебном журнале.

Промежуточная аттестация (зачёт) проводится в 5 семестре.

### 4. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИЕ ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ ЗНАНИЙ, УМЕНИЙ, НАВЫКОВ И (ИЛИ) ОПЫТА ДЕЯТЕЛЬНОСТИ, ХАРАКТЕРИЗУЮЩИХ ЭТАПЫ ФОРМИРОВАНИЯ КОМПЕТЕНЦИЙ

#### 1 уровень – оценка знаний

Для оценивания результатов обучения в виде знаний используются следующие типы контроля:

— **тестовые задания;**

*Примеры заданий:*

Выберите один или несколько правильных ответов

1. Повторяемость оценивается для любой методики количественного определения по результатам не менее \_\_\_\_\_ определений для образцов с содержанием определяемого вещества, близким к номинальному:
  - 1) трёх
  - 2) пяти
  - 3) *шести*
  - 4) семи
  - 5) девяти
2. Прецизионность может оцениваться как:
  - 1) правильность
  - 2) *сходимость*
  - 3) устойчивость
  - 4) *внутрилабораторная прецизионность*

## 5) воспроизводимость

3. Способность валидируемой методики сохранять найденные для нее характеристики при небольших отклонениях от условий проведения анализа называется:

- 1) правильность
- 2) специфичность
- 3) устойчивость
- 4) воспроизводимость
- 5) повторяемость

*Критерии оценки тестов:*

90-100% - оценка «отлично»

80-89% - оценка «хорошо»

70-79% - оценка «удовлетворительно»

Менее 70% правильных ответов – оценка «неудовлетворительно»

— **собеседование;***Примеры заданий по собеседованию на занятии:*

1. Дайте определение понятиям: валидация аналитических методик, специфичность, линейность и аналитическая область методики, правильность и прецизионность.
2. Как определяют специфичность аналитической методики?
3. По каким критериям валидируется методика определения предела содержания посторонних примесей?

*Критерии оценки:*

«Отлично» (10 баллов) ставится за такие знания, когда магистрант обнаруживает усвоение всего объема программного материала, выделяет главные положения в изученном материале, не допускает ошибок в воспроизведении изученного материала и не затрудняется при ответах на видоизмененные вопросы.

«Отлично» (9 баллов) ставится за знания, когда магистрант знает весь изученный материал, не допускает серьезных ошибок, легко устраняет отдельные неточности с помощью дополнительных вопросов, отвечает без особых затруднений на вопросы преподавателя.

«Хорошо» (8 баллов) ставится за знания, когда магистрант в целом хорошо знает изученный материал, отвечает, как правило, без

особых затруднений на вопросы преподавателя, но допускает отдельные неточности и затруднения в ответах на вопросы преподавателя.

«Удовлетворительно» (7 баллов) ставится за знания, когда магистрант обнаруживает усвоение основного материала, но испытывает затруднение при его самостоятельном воспроизведении и требует дополнительных и уточняющих вопросов преподавателя, предпочитает отвечать на вопросы воспроизводящего характера и испытывает затруднение при ответах на видоизмененные вопросы.

«Неудовлетворительно» (6 баллов и менее) ставится, когда у магистранта имеются фрагментарные представления об изученном материале и большая часть материала не усвоена, либо за полное незнание магистрантом пройденного материала.

*Примеры заданий на зачёте:*

### **Билет № X**

1. Тестовое задание – 20 баллов.
2. Дайте определение критерию «правильность». Чем она характеризуется? Когда валидируемая методика признается правильной? Какие подходы используются для оценки правильности методики количественного определения? – 40 баллов.
3. Дайте определение понятию «устойчивость валидируемой методики». В каких случаях она изучается? Как проверяется устойчивость хроматографической методики? – 40 баллов.

*Критерии оценки:*

90-100% - оценка «отлично» - магистрант знает весь изученный материал, не допускает серьезных ошибок, легко устраняет отдельные неточности с помощью дополнительных вопросов, отвечает без особых затруднений на вопросы преподавателя.

80-89% - оценка «хорошо» - магистрант в целом хорошо знает изученный материал, отвечает, как правило, без особых затруднений на вопросы преподавателя, но допускает отдельные неточности и затруднения в ответах на вопросы преподавателя.

70-79% - оценка «удовлетворительно» - магистрант обнаруживает усвоение основного материала, но испытывает затруднение при его самостоятельном воспроизведении и требует

дополнительных и уточняющих вопросов преподавателя, предпочитает отвечать на вопросы воспроизводящего характера и испытывает затруднение при ответах на видоизмененные вопросы.

Менее 70% – оценка «неудовлетворительно» - у магистранта имеются фрагментарные представления об изученном материале и большая часть материала не усвоена, либо за полное незнание магистрантом пройденного материала.

## **2 уровень – оценка умений**

Для оценивания результатов обучения в виде умений используются следующие типы контроля:

### **— выполнение практических заданий;**

*Примеры практических заданий на занятии:*

#### **Задание**

1. Провести количественное определение аскорбиновой кислоты в субстанции методом алкалиметрии.
2. Провести статистическую обработку результатов анализа.
3. Провести валидационную оценку алкалиметрической методики количественного определения аскорбиновой кислоты по показателю правильность и внутрилабораторная (промежуточная) прецизионность.

*Критерии оценки:*

«Отлично» (10 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, научно аргументирован, со ссылками на пройденные темы, магистрант не затрудняется при ответах на видоизмененные вопросы.

«Отлично» (9 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, научно аргументирован, со ссылками на пройденные темы, магистрант легко устраняет отдельные неточности с помощью дополнительных вопросов, отвечает без особых затруднений на вопросы преподавателя.

«Хорошо» (8 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, аргументирован, но без ссылок на пройденные темы, магистрант допускает отдельные неточности и затруднения в ответах на вопросы преподавателя.

«Удовлетворительно» (7 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, но не аргументирован, либо ответ неверен, но представлена попытка обосновать его с альтернативных позиций, магистрант испытывает затруднение при самостоятельном воспроизведении материала и требует дополнительных и уточняющих вопросов преподавателя.

«Неудовлетворительно» (6 баллов и менее) – практическое задание не выполнено, у магистранта имеются фрагментарные представления об изученном материале и большая часть материала не усвоена, либо за полное незнание магистрантом пройденного материала.

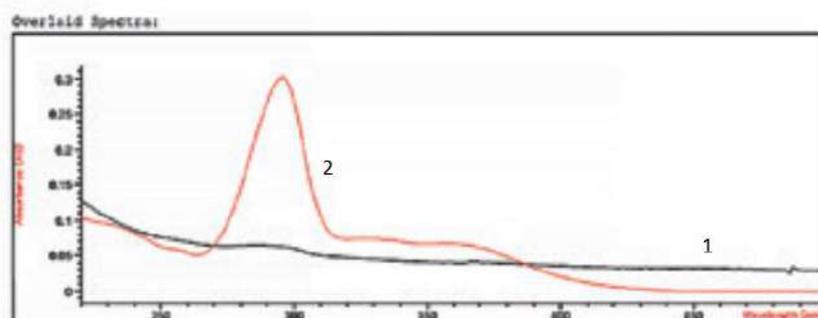
### 3 уровень – оценка навыков

Для оценивания результатов обучения в виде навыков используются следующие типы контроля:

– **ситуационная задача** используется для оценки умений студента применять теоретические знания в конкретной практической ситуации, чаще не стандартной.

*Пример ситуационной задачи:*

Проводится валидация методики количественного определения моксифлоксацина для теста «Растворение» методом спектрофотометрии. Для определения специфичности сняты спектры среды растворения (1) и раствора моксифлоксацина в 100% концентрации. Проведите оценку валидности разработанной методики по показателю «специфичность»?



*Критерии оценки:*

«Отлично» (10 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, научно аргументирован, со ссылками

на пройденные темы, магистрант не затрудняется при ответах на видоизмененные вопросы.

«Отлично» (9 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, научно аргументирован, со ссылками на пройденные темы, магистрант легко устраняет отдельные неточности с помощью дополнительных вопросов, отвечает без особых затруднений на вопросы преподавателя.

«Хорошо» (8 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, аргументирован, но без ссылок на пройденные темы, магистрант допускает отдельные неточности и затруднения в ответах на вопросы преподавателя.

«Удовлетворительно» (7 баллов) – практическое задание выполнено, ответ по ситуационной задаче верен, но не аргументирован, либо ответ неверен, но представлена попытка обосновать его с альтернативных позиций, магистрант испытывает затруднение при самостоятельном воспроизведении материала и требует дополнительных и уточняющих вопросов преподавателя.

«Неудовлетворительно» (6 баллов и менее) – практическое задание не выполнено, у магистранта имеются фрагментарные представления об изученном материале и большая часть материала не усвоена, либо за полное незнание магистрантом пройденного материала.

## 5. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Разделы / Темы	Всего (в часах)	Виды учебных занятий (в часах)			Самостоятельная работа	Код компетенции
		Аудиторные учебные занятия				
		Лекции	Практические занятия			
<b>Раздел 1. Валидация аналитических методик</b>						
<b>Тема 1.1.</b> Статистическая обработка результатов эксперимента	<b>11</b>			11		ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4

<b>Тема 1.2.</b> Теоретические основы валидации аналитических методик	<b>17</b>	2	4	11	ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4
<b>Тема 1.3.</b> Валидация титриметрических методик анализа	<b>11</b>			11	ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4
<b>Тема 1.4.</b> Валидация спектрофотометриче- ских методик анализа	<b>11</b>			11	ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4
<b>Тема 1.5.</b> Валидация хроматографических методик анализа	<b>11</b>			11	ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4
<b>Контроль</b> по темам 1.1-1.5.	<b>11</b>		2	9	ИОПК 4.3 ИПК 1.1 ИПК 1.2 ИПК 1.3 ИПК 1.4
<b>ВСЕГО</b>	<b>72</b>	<b>2</b>	<b>6</b>	<b>64</b>	

## **6. ТЕЗИСЫ ЛЕКЦИЙ, ПЛАНЫ ЗАНЯТИЙ И ОРГАНИЗАЦИЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ**

### **Раздел 1. Валидация аналитических методик**

#### **Тема 1.1. Статистическая обработка результатов эксперимента**

##### **Самостоятельная работа**

*Требования к выполнению самостоятельной работы:* изучить ОФС.1.1.0013.15 Статистическая обработка результатов химического эксперимента (ГФ 14, Т.1, стр. 289-318) и другую литературу по теме занятия, ответить на вопросы для самоконтроля и выполнить задания.

##### **Вопросы для самоконтроля:**

1. Дайте определения понятиям «Выборка», «Однородность выборки»? Как проводится проверка однородности выборки

малого объёма (<10)? В каких случаях выборка считается неоднородной?

2. Приведите расчётные формулы среднего арифметического значения, дисперсии, стандартного отклонения единичного результата, относительного стандартного отклонения, стандартного отклонения среднего, доверительного интервала, относительной (процентной) ошибки среднего результата.

### Задания

1. При проведении количественного анализа были получены следующие результаты: 99,8%; 99,2%; 100,3%; 99,5%; 98,2%; 99,8%; 100,1%. Проверьте однородность данной выборки.
2. Проведите статистическую обработку результатов количественного определения субстанции метронидазола методом спектрофотометрии: 99,4%; 99,0%; 100,1%; 99,5%; 99,6%. Сделайте вывод о качестве, если по НД содержание метронидазола должно быть не менее 99,0% и не более 100,5%.

### Основная литература по теме

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>
2. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб. пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.  
<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>

### Дополнительная литература по теме

1. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. – <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
2. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеновой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>

### Периодические издания по теме

1. Фармация.
2. Химико-фармацевтический журнал.
3. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
4. Разработка и регистрация лекарственных средств.

5. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.
6. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.

### **Интернет-ресурсы**

1. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ  
[http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)
2. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
4. Научная электронная библиотека elibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

## **Тема 1.2. Теоретические основы валидации аналитических методик**

### **Лекция №2 (2 ч)**

*Содержание:* Валидация аналитических методик. Теоретические основы. Применение в фармацевтическом анализе.

*Тезисы:* Понятие о валидации аналитических методик. Показатели валидации: специфичность, предел обнаружения, предел количественного определения, линейность и аналитическая область методики, правильность, прецизионность (повторяемость, промежуточная прецизионность), устойчивость. Валидируются методики: испытание на подлинность, количественное определение посторонних примесей, предел содержания посторонних примесей, количественное определение основного действующего вещества, нормируемых компонентов, количественное определение действующего вещества в тесте «Растворение». Примеры.

## Практическое занятие №1 (5ч)

*Основные вопросы для обсуждения:* Валидация аналитических методик. Основные понятия. Контролируемые параметры.

**Цель занятия:** закрепить основы теоретических знаний, расширить знания обучающихся о валидации аналитических методик.

### Технологическая карта занятия:

1	Организационный момент (проверка присутствия, рассадка по практическим работам)	5 мин
2	Разбор возникших в ходе подготовки вопросов по теоретической части. Устное собеседование, решение ситуационных задач.	50 мин
3	Контроль уровня теоретических знаний (письменный)	25 мин
4	Проверка готовности к выполнению практической работы. Помощь преподавателя при выполнении и оформлении протокола анализа ЛС	10 мин
6	Выполнение магистрантами практической работы. Оформление протокола анализа ЛС. Разбор затруднений письменного контроля.	110 мин
7	Доклад преподавателю о проделанной магистрантом работе и результатах анализа ЛС. Общее обсуждение результатов	20 мин
8	Пояснения преподавателя по домашнему заданию	5 мин

**Форма текущего контроля:** собеседование, тестирование, письменный контроль, практическая работа.

### Самостоятельная работа

**Требования к выполнению самостоятельной работы:** изучить ОФС «Валидация аналитических методик» (ГФ 14, Т.1, стр. 276-288) и другую литературу по теме занятия, освоить расчётные формулы, ответить на вопросы для самоконтроля.

### Вопросы для контроля усвоения знаний:

1. Дайте определение «Валидация аналитических методик».

2. По каким параметрам валидируется аналитическая методика?
3. Какие методики подвергаются валидации.
4. Дайте определение понятиям: специфичность, предел обнаружения, предел количественного определения, линейность и аналитическая область методики, правильность, прецизионность (повторяемость, промежуточная и межлабораторная прецизионность), устойчивость.
5. Как можно доказать специфичность методик количественного определения и испытания на примесь?
6. Укажите диапазон аналитической области для методик количественного определения, однородности дозирования, теста «Растворение», методик испытаний на чистоту.
7. Как определяется линейность методики. Приведите контрольные критерии линейности.
8. Способы оценки правильности методики.
9. Чем отличаются повторяемость (сходимость), внутрилабораторная прецизионность (воспроизводимость) и межлабораторная прецизионность между собой? Укажите контрольные критерии.
10. Что такое «Ревалидация»? В каких случаях она проводится?
11. По каким параметрам проводится статистическая обработка результатов эксперимента?

### Примеры тестовых заданий

1. Отклонение среднего результата определений, выполненных по валидируемой методике, от значения, принимаемого за истинное, характеризует:
  - а) прецизионность методики
  - б) специфичность методики
  - в) линейность методики
  - г) *правильность методики*
  - д) повторяемость методики
2. Для методики количественного определения в условиях одной лаборатории, но в разные дни, разными исполнителями, на разном оборудовании оценивается:
  - а) повторяемость
  - б) *промежуточная прецизионность*
  - в) воспроизводимость
  - г) правильность
  - д) линейность

3. Для методики количественного определения по результатам не менее трёх определений на трёх уровнях определяемых величин оценивается:
- а) специфичность
  - б) правильность
  - в) предел количественного определения
  - г) сходимость
  - д) *прецизионность*
4. Для методики количественного определения в разных лабораториях оценивается:
- а) повторяемость
  - б) *промежуточная прецизионность*
  - в) правильность
  - г) воспроизводимость
  - д) сходимость

Дополните:

5. Специфичность – это \_\_\_\_\_.
- Ответ: Специфичность – это способность аналитической методики однозначно оценивать определяемое вещество в присутствии сопутствующих компонентов.*
6. Валидация аналитической методики – это \_\_\_\_\_.
- Ответ: Валидация аналитической методики – это экспериментальное доказательство того, что методика пригодна для решения предполагаемых задач.*
7. Устойчивость валидируемой методики – это \_\_\_\_\_.
- Ответ: Устойчивость валидируемой методики – это способность сохранять найденные для нее характеристики при небольших отклонениях от условий проведения анализа.*

### Основная литература по теме

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>
2. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб.пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.  
<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>

### Дополнительная литература по теме

1. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. – <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
2. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеневой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>

### Периодические издания по теме

1. Фармация.
2. Химико-фармацевтический журнал.
3. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
4. Разработка и регистрация лекарственных средств.
5. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.
6. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.

### Интернет-ресурсы

1. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ [http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)
2. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
4. Научная электронная библиотека eLibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

## Тема 1.3. Валидация титриметрических методик анализа

### Самостоятельная работа

*Требования к выполнению самостоятельной работы:* изучить литературу по теме занятия, изучить научные статьи на

образовательном портале КазГМУ «Валидация в фармацевтическом анализе», ответить на вопросы для самоконтроля.

### **Вопросы для самоконтроля:**

1. Какие показатели качества фармацевтических субстанций и лекарственных форм определяются титриметрическими методами? Какие титриметрические методы используются в фармацевтическом анализе?
2. По каким показателям проводится валидация методик количественного определения титриметрическими методами?
3. Приведите примеры валидации методик количественного определения титриметрическими методами. На какие контрольные критерии необходимо обращать внимание при валидации титриметрических методик?

### **Основная литература по теме**

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>
2. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб. пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.  
<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>

### **Дополнительная литература по теме**

1. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. – <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
2. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеневой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>

### **Периодические издания по теме**

1. Фармация.
2. Химико-фармацевтический журнал.
3. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
4. Разработка и регистрация лекарственных средств.
5. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.

## 6. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.

### Интернет-ресурсы

1. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ  
[http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)
2. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
4. Научная электронная библиотека elibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

## Тема 1.4. Валидация спектрофотометрических методик анализа

### Самостоятельная работа

*Требования к выполнению самостоятельной работы:* изучить литературу по теме занятия, изучить научные статьи по теме занятия на образовательном портале КазГМУ «Валидация в фармацевтическом анализе», ответить на вопросы для самоконтроля.

### Вопросы для самоконтроля:

1. Какие показатели качества фармацевтических субстанций и лекарственных форм определяются спектрофотометрическим методом?
2. По каким показателям проводится валидация спектрофотометрических методик?
3. Приведите примеры валидации спектрофотометрических методик. На какие контрольные критерии необходимо обращать внимание при валидации спектрофотометрических методик?

### Основная литература по теме

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>

2. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб. пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.

<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>

### **Дополнительная литература по теме**

1. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. – <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
2. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеневой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>

### **Периодические издания по теме**

1. Фармация.
2. Химико-фармацевтический журнал.
3. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
4. Разработка и регистрация лекарственных средств.
5. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.
6. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.

### **Интернет-ресурсы**

1. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ  
[http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)
2. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
4. Научная электронная библиотека elibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

## Тема 1.5. Валидация хроматографических методик анализа

### Самостоятельная работа

*Требования к выполнению самостоятельной работы:* изучить литературу по теме занятия, изучить научные статьи по теме занятия на образовательном портале КазГМУ «Валидация в фармацевтическом анализе», ответить на вопросы для самоконтроля.

### Вопросы для самоконтроля:

1. Какие хроматографические методы применяются в фармацевтическом анализе?
2. Какие показатели качества фармацевтических субстанций и лекарственных форм определяются хроматографическими методами?
3. По каким показателям проводится валидация хроматографических методик?
4. Приведите примеры валидации хроматографических методик. На какие контрольные критерии необходимо обращать внимание при валидации хроматографических методик?

### Основная литература по теме

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>
2. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб.пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.  
<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>

### Дополнительная литература по теме

1. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. – <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
2. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеневой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>

### Периодические издания по теме

1. Фармация.
2. Химико-фармацевтический журнал.

3. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
4. Разработка и регистрация лекарственных средств.
5. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.
6. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.

### **Интернет-ресурсы**

1. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ  
[http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)
2. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
4. Научная электронная библиотека eLibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

### **Практическое занятие №2 (2 ч)**

Контроль по темам 1.1.–1.5. в виде зачёта.

## **7. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА ОБУЧАЮЩИХСЯ**

Выполнение самостоятельной работы углубляет знания магистрантов, формирует качества, которые пригодятся в дальнейшей практической деятельности. Самостоятельная магистрантов (СРМ) предполагает изучение дополнительного материала дисциплины, выполнение конкретных заданий и решение задач без контакта с преподавателем.

Цель СРМ:

- обучение навыкам сбора и анализа информации, ее обработке и систематизации;

- получение новых знаний и навыков: расширение кругозора, углубление в конкретную тему, развитие поисковых, расчетных и аналитических способностей;
- развитие личностных и профессиональных качеств: самостоятельность, дисциплина, планирование времени, умение пользоваться профессиональными терминами и инструментами.

Во время выполнения самостоятельной работы магистрант может использовать лекции, учебники, методические пособия, интернет-ресурсы. Обучающийся должен читать текст, конспектировать материалы, создавать презентации, составлять таблицы, проходить тестирования, решать различные задачи.

Виды СРМ: аудиторная (под контролем преподавателя обучающийся выполняет практическую работу, проходит опрос, тестирование); внеаудиторная (обучающийся самостоятельно выполняет задания вне стен ВУЗа, проводит анализ конкретной ситуации, отвечает на вопросы). Любая СРМ всегда имеет ограничение по времени. Внеаудиторная СРМ должна быть обеспечена методическими рекомендациями, правилами ВУЗа и наставлениями преподавателя.

Этапы организации СРМ:

1. Подбор преподавателем заданий для СРМ, выдача магистранту. Магистрант должен понимать, как его выполнить, какие материалы ему необходимы.
2. Изучение материалов. Магистрант должен самостоятельно изучить литературу, ответить на поставленные вопросы.
3. Выполнение задания. Магистрант должен прочитать и вникнуть в задание. Затем магистрант должен определить метод СРМ: развернутый ответ на вопрос, решение задачи и отражение всех действий с подробным писанием, анализ ситуации и формулирование выводов, проведение эксперимента и фиксирование полученных результатов и т.п.
4. Оформление самостоятельной работы в соответствии с методическими рекомендациями и действующими ГОСТами.

Материалы для СРМ представлены на дистанционном курсе «Валидация в фармацевтическом анализе» на образовательном портале КазГМУ.

## 8. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

*Требования к проведению собеседования.* Во время собеседования магистрант должен внимательно выслушать вопрос, ответить четко с пояснениями. Дополнительного времени на подготовку магистрант не получает. Возможно групповое обсуждение спорных вопросов.

*Требования к тестированию.* Тестирование проводится либо на образовательном портале, либо письменно. Получив тесты, магистрант должен внимательно прочитать установку теста: выбрать один правильный ответ, несколько правильных ответов, дополнить, найти соответствие и т.п. Далее ответить на вопрос в течение минуты, указав номер вопроса и букву ответа.

*Требования к проведению практической ситуационной задачи.* Приступая к практической работе, магистрант должен застегнуть халат, надеть медицинскую шапочку и организовать свое рабочее место (подготовить необходимые реактивы и посуду). При решении практической ситуационной задачи магистрант должен соблюдать технику безопасности. При себе необходимо иметь салфетку для вытирания рук. Задание должно выполняться согласно представленным методикам и результаты должны быть отражены в протоколе анализа. По окончании работы каждый магистрант докладывает результаты анализа преподавателю, затем проводится групповое обсуждение полученных результатов.

*Требования к ведению рабочей тетради и к оформлению решения ситуационной задачи.* Магистрант оформляет отдельную общую тетрадь по самостоятельной работе и практическим занятиям, в которой представляет результаты решения практической ситуационной задачи (валидация аналитической методики по определенному показателю) в виде протокола анализа. Обязательно указывает номер протокола, дату анализа, название темы, приводит уравнения реакций (при необходимости), расчёты. После каждого анализа пишет результат: соответствует требованиям ФС (НД) или не соответствует, а в конце протокола пишет общее заключение (фармацевтическая субстанция (лекарственная форма) соответствует требованиям ФС (НД) или не соответствует (указывается критерий). Преподаватель проверяет оформление протокола и ставит подпись в рабочей тетради.

*Требования по проведению зачёта.* Зачёт проводится в виде письменного контроля.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Воронцов Г.А. Письменные работы в вузе: Реферат (доклад). Контрольная работа. Курсовая работа. Дипломная работа: Учеб. пособие для студентов / Г.А. Воронцов. - 2-е изд., перераб. и доп. - Ростов н/Д, 2002. – 191с.
2. Колесникова Н.И. От конспекта к диссертации: учеб. пособие по развитию навыков письм. речи / Н.И. Колесникова. – М., 2002. - 287 с.
3. Министерство здравоохранения Российской Федерации / <http://www.rosminzdrav.ru/>
4. Государственная фармакопея Российской Федерации. XIV издание. <http://femb.ru/femb/pharmacopea.php>
5. Фармацевтическая химия. Сборник задач: учеб.пособие /А.И. Сливкин [и др.]; под редакцией Г.В. Раменской. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2017. – 400 с.  
<https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970439913.html>
6. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие /под ред. А.П. Арзамасцева. – 2-е изд., испр. – М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. –  
<http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970407448.html>.
7. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учебник / под ред. Т. В. Плетеневой - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2018. - 816 с. - <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970440148.html>
8. Фармация.
9. Химико-фармацевтический журнал.
10. Вопросы биологической, медицинской и фармацевтической химии.
11. Разработка и регистрация лекарственных средств.
12. Ведомости научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств.
13. Вопросы обеспечения качества лекарственных средств.
14. Электронный каталог научной библиотеки Казанского ГМУ
15. [http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com\\_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru](http://lib.kazangmu.ru/jirbis2/index.php?option=com_irbis&view=irbis&Itemid=108&lang=ru)

16. Электронно-библиотечная система КГМУ (ЭБС КГМУ). Учредитель: ФГБОУ ВО Казанский ГМУ Минздрава России. Выписка из реестра зарегистрированных СМИ Эл № ФС77-78830 от 30.07.2020 г. <https://lib-kazangmu.ru/>
17. Электронная библиотечная система «Консультант студента». Правообладатель: ООО «Консультант студента». Контракт (договор) № 113/2022 от 5 декабря 2022 г. Срок доступа: 01.01.2023-31.12.2023. <http://www.studentlibrary.ru>
18. Научная электронная библиотека elibrary.ru. Правообладатель: НЭБ (ООО). Действующий договор № SU-539/2023 от 21.02.2023 г. Срок доступа: 21.02.2023-31.12.2023. <http://elibrary.ru>

**Для заметок**

**Для заметок**

Учебно-методическое пособие

## ВАЛИДАЦИЯ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

Абдуллина Светлана Геннадиевна

Редактор Павлушина П.П.

Отпечатано в полном соответствии с качеством  
предоставленного электронного оригинал-макета

Подписано в печать 21.06.2023 г.  
Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Печатных листов 2.  
Бумага офсетная, тираж 100. Заказ Г-57.

Отпечатано в



г. Казань, ул. Муштари, 11, тел. 259-56-48.  
**E-mail: meddok2005@mail.ru**