

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

САЕ Институт «Умные материалы и технологии»

УТВЕРЖДАЮ:

Директор САЕ Институт «Умные
материалы и технологии»


И. А. Курзина

« 20 » декабря 2023г.

Оценочные материалы по дисциплине

Валидация методик и обеспечение достоверности анализа

по направлению подготовки

19.04.01 Биотехнология

Направленность (профиль) подготовки:

Молекулярная инженерия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема


2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП


И.А. Курзина

Председатель УМК


Г.А. Воронова

Томск – 2023

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ОПК-8. Способен разрабатывать научно-техническую и нормативно-технологическую документацию на биотехнологическую продукцию, готовить материалы для защиты объектов интеллектуальной собственности

ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских и/или производственных задач в выбранной области биотехнологии

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК-8.1. Разрабатывает составные части регламентирующей и регистрирующей документацию технологических процессов.

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современных биотехнологий, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

ИПК-1.3. Использует оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования, применяя взаимодополняющие методы исследования.

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

- тесты;
- расчетные задачи

Тесты (ИОПК-8.1, ИПК-1.2)

Примеры заданий:

К валидационным характеристикам аналитических методик относятся

- А) стандартное отклонение среднего результата
- Б) стандартное отклонение отдельного результата
- В) устойчивость
- Г) дисперсия

Предел обнаружения оценивается для методик определения

- А) растворимости
- Б) подлинности
- В) примесей
- Г) количественного содержания

Предел обнаружения определяется для методик

- А) количественного определения посторонних примесей
- Б) определения предела содержания посторонних примесей
- В) количественного определения действующего вещества, нормируемых

компонентов

- Г) количественного определения действующего вещества в тесте «растворение»

Предел количественного определения оценивается для методик определения

- А) растворимости
- Б) подлинности
- В) примесей

Г) количественного содержания

Предел количественного определения оценивается для методик

- А) количественного определения посторонних примесей
- Б) определения предела содержания посторонних примесей
- В) количественного определения действующего вещества, нормируемых

компонентов

Г) количественного определения действующего вещества в тесте «растворение»

Для методик испытания на подлинность определяется

- А) специфичность
- Б) предел обнаружения
- В) аналитическая область
- Г) линейность

Установите соответствия между типом аналитической методики и валидационной характеристикой

- а) ИСПЫТАНИЕ НА ПОДЛИННОСТЬ
 - б) КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОРОННЕЙ ПРИМЕСИ
 - в) ПРЕДЕЛ СОДЕРЖАНИЯ ПОСТОРОННЕЙ ПРИМЕСИ
 - г) КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА
1. специфичность
 2. аналитическая область
 3. линейность
 4. правильность

Установите соответствия между типом аналитической методики и валидационной характеристикой

- а) ИСПЫТАНИЕ НА ПОДЛИННОСТЬ
 - б) КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОРОННЕЙ ПРИМЕСИ
 - в) ПРЕДЕЛ СОДЕРЖАНИЯ ПОСТОРОННЕЙ ПРИМЕСИ
 - г) КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА
1. специфичность
 2. аналитическая область
 3. предел обнаружения
 4. прецизионность

Критерии оценивания:

Результаты тестирования определяются оценками зачтено/ не зачтено.

Каждый тест содержит 5 вопросов.

«Зачтено» - студент ответил верно на 3 и более вопросов.

«Не зачтено» - студент верно ответил на 2 и менее вопросов.

Индивидуальное задание (ИОПК-8.1, ИПК-1.1, ИПК-1.2) состоит из теоретического вопроса и задачи.

Теоретические вопросы:

Перечислите основные валидационные характеристики, оцениваемые при валидации методик количественного определения ЛС согласно требованиям ОФС.1.10012.15 «Валидация аналитических методик». Как оценивается «линейность» аналитической методики, какое минимальное количество проб должно быть проанализировано, какое значение должен иметь коэффициент корреляции? Как оценивается «Правильность», «Прецизионность» методики?

Примеры задач:

1. Подтвердите специфичность методики определения родственной примеси методом ВЭЖХ. Ширина основания пика основного вещества (w_1) - 11 секунд, ширина основания пика примеси (w_2) – 6 секунд. Разность времен удерживания пиков (t) - 20 секунд. Однородность пиков подтверждена. Коэффициент разрешения (R) должна быть не менее 1,5.

2. Определите предел обнаружения (ПО) примеси методом ВЭЖХ. При содержании примеси (m) 100 мкг высота сигнала пика примеси (S) – 10,8 см. Высота уровня шума (N) – 2,2 см.

Критерии оценивания:

Результаты решения расчетной задачи определяются оценками зачтено/ не зачтено.

«Зачтено» – студент верно ответил на вопрос, задача решена верно, студент самостоятельно использует формулы для расчета, проводит математические преобразования, может объяснить ход решения.

«Не зачтено» - студент не может ответить на теоретический вопрос, не может использовать формулы для решения задачи, испытывает затруднения в описании хода решения.

Отчет по практической работе (ИОПК-8.1, ИПК-1.1, ИПК-1.2, ИПК-1.3) содержит протокол проведения эксперимента, расчеты, выводы о проделанной работе.

Тематика практических работ:

Метрологические характеристики спектрофотометрического определения лекарственных средств

Применение УФ-спектрофотометрии в анализе лекарственных средств

Методические рекомендации по выполнению:

После завершения практической работы студент должен оформить отчет, в котором кратко описывает выполненные действия, приводит полученные результаты и анализирует их (сопоставляет с литературными данными, делает вывод, проводит статистическую обработку).

Критерии оценивания

«отлично» — студент в ходе практической работы выполняет опыты с соблюдением всех требований, отчет представлен аккуратно со всеми записями хода работы, представлены первичные данные и ход их обработки.

«хорошо» — студент в ходе работы допускает незначительные ошибки; в отчете допущены незначительные ошибки.

«удовлетворительно» — студент в ходе практической работы допускает одну-две грубые ошибки; в отчете представлены не все данные о проведении опыта или допущены ошибки при расчетах.

«неудовлетворительно» — студент выполнил не все представленные опыты, отчет не структурирован и нелогичен.

3. Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Зачет с оценкой в третьем семестре проводится в форме тестирования. Результаты зачета с оценкой определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Тест содержит 20 вопросов, каждый оценивается в 1 балл. Максимальная сумма баллов – 20. Продолжительность тестирования 90 минут.

Примеры тестовых заданий:

Для методик количественного определения посторонних примесей оценивается

- А) специфичность
- Б) предел обнаружения
- В) предел количественного определения
- Г) аналитическая область

Для методик количественного определения посторонних примесей оценивается

- А) предел обнаружения
- Б) линейность
- В) правильность
- Г) прецизионность

Для методик определения предела содержания посторонних примесей оценивается

- А) специфичность
- Б) предел обнаружения
- В) предел количественного определения
- Г) аналитическая область

Ревалидацию аналитических методик проводят при изменении

- А) поставщика реактивов
- Б) состава объекта анализа
- В) утвержденной методики анализа
- Г) модели используемых приборов

При подтверждении специфичности методик испытания на примеси могут использоваться образцы лекарственных средств, подвергнутые воздействию

- А) света
- Б) давления
- В) температуры, влажности
- Г) химической модификации

Результаты валидируемой методики в аналитической области методики должны иметь приемлемый уровень

- А) правильности
- Б) прецизионности
- В) критерия фишера
- Г) критерия студента

Устойчивость методики определяется

- А) на стадии разработки (при необходимости)
- Б) при легко контролируемых условиях
- В) в процессе практического использования (при невысокой устойчивости)
- Г) в процессе практического использования (при высокой устойчивости)

Представление (оформление) результатов валидации включает

- А) теоретические основы статистики
- Б) теоретические основы используемого метода
- В) все первичные результаты

Г) результаты статистической обработки данных

Критерии оценивания:

Результаты зачета с оценкой определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно».

Оценка «отлично» выставляется, если студент набрал 17 баллов и больше.

Оценка «хорошо» выставляется, если студент набрал 12-16 баллов.

Оценка «удовлетворительно» выставляется, если студент набрал 8-11 баллов.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется, если студент набрал 7 и менее баллов.

4. Оценочные материалы для проверки остаточных знаний (сформированности компетенций)

Теоретические вопросы (ИОПК-8.1, ИПК-1.1):

1. Что такое валидация методик измерений?
2. Что включает в себя представление (оформление) результатов валидации?
3. В каком случае необходимо прибегнуть к ревалидации аналитических методик?
4. Что относится к валидационным характеристикам аналитических методик?
5. Какие сорбенты для нормально-фазового и обращенно-фазового вариантов ВЭЖХ вы знаете?

Тестовые вопросы (ИПК-1.2, ИПК-1.3)

1. Валидация аналитической методики – это
 - А. Модификация известной методики для анализа нового ЛС;
 - Б. Усовершенствование ранее применяемой методики;
 - В. Введение в методику дополнительных операций для повышения её точности;
 - Г. Экспериментальное доказательство того, что методика пригодна для решения предполагаемых задач.
2. Методики количественного определения должны быть применимы в интервале:
 - А. от 80 до 120% от номинального значения определяемой аналитической характеристики;
 - Б. от 50 до 150% от номинального значения определяемой аналитической характеристики;
 - В. от 90 до 110% от номинального значения определяемой аналитической характеристики;
 - Г. от 75 до 135% от номинального значения определяемой аналитической характеристики;
3. Повторяемость (сходимость) аналитической методики оценивают по независимым результатам, полученным в одинаковых регламентируемых условиях:
 - А. в разных лабораториях;
 - Б. в одной лаборатории (разные дни, разные исполнители, разное оборудование и т.д.);
 - В. в одной лаборатории (один и тот же исполнитель, одно и то же оборудование, один и тот же набор реактивов) в пределах короткого промежутка времени.
4. При оценке специфичности методик испытания на примеси используют следующие приемы:
 - А. Анализ модельных смесей известного состава;
 - Б. Анализ реальных объектов;
 - В. Анализ ЛС, подвергнутых воздействию экстремальных условий, с целью накопления примесей;
 - Г. Анализ ЛС химически модифицированных, с целью получения примесей;
 - Д. Анализ стандартных образцов примесей
5. Валидация методик проводится:
 - А. при разработке методик анализа на новое вещество;
 - Б. при изменении в составе готового лекарственного средства;
 - В. при изменении условий синтеза лекарственной

субстанции;

Г. при изменении в самой аналитической методике;

Д. все ответы верны

6. Сколько параллельных определений
рекомендуется выполнять при
проведении рутинного анализа?

А. 1 определение;

Б. 3 определения;

В. 7 определений

Информация о разработчиках

Кургачев Дмитрий Андреевич, канд. хим. наук, лаборатория физико-химических методов анализа ХФ ТГУ, зам. заведующего.