



# **Частичная валидация биоаналитических методик. Зачем и когда ее делать?**

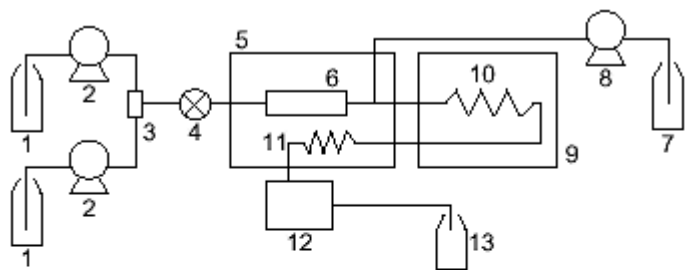
Никифорова Айыына  
Руководитель отдела биоаналитики  
ООО «Экзактэ Лабс»

03.07.2024

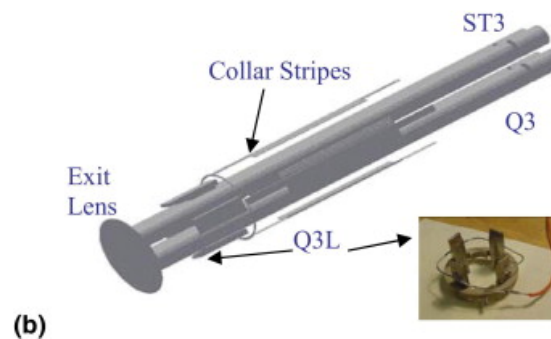
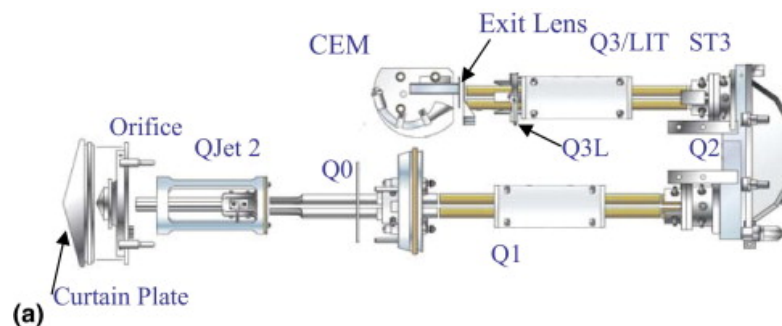
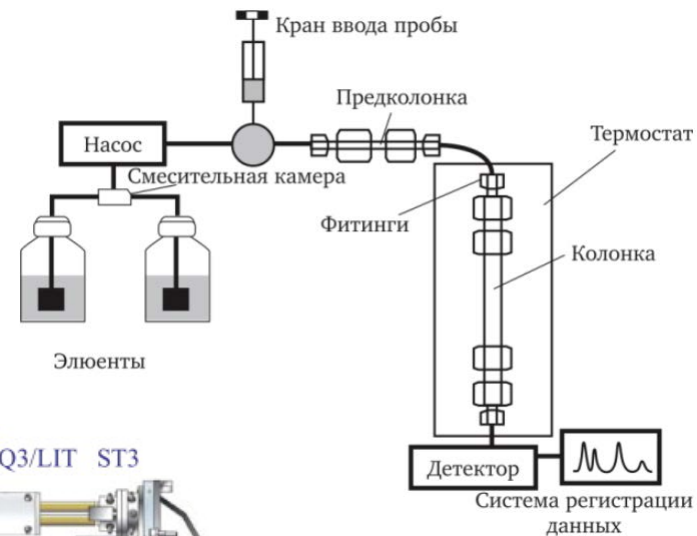
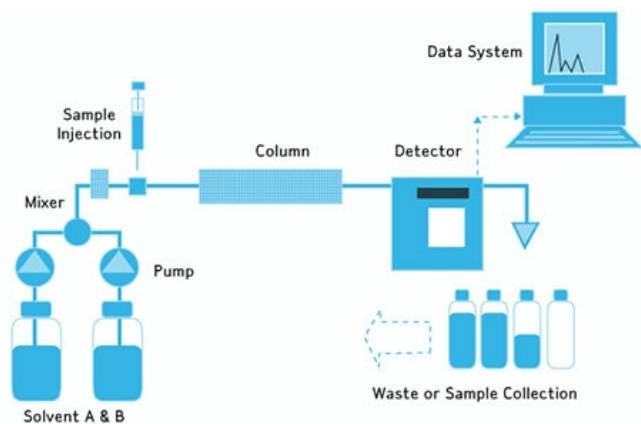
## О чем поговорим?

- Что такое ВЭЖХ-МС/МС на пальцах
- Когда делать полную валидацию?
- В каких случаях делать частичную валидацию?

# Страшные буквы ВЭЖ-МС/МС



- |                            |                              |
|----------------------------|------------------------------|
| 1. Mobile Phases           | 8. Pump for Reaction Reagent |
| 2. Pumps for Mobile Phases | 9. Reaction Bath             |
| 3. Gradient Mixer          | 10. Reaction Coil            |
| 4. Injector                | 11. Cooling Coil             |
| 5. Column Oven             | 12. Fluorescence Detector    |
| 6. Column                  | 13. Waste                    |
| 7. Reaction Reagent        |                              |

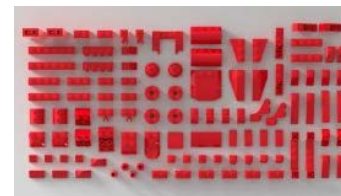


Давайте решим задачу



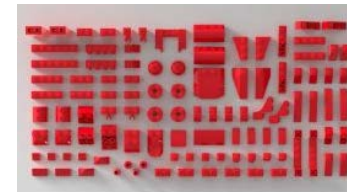


# Решение



При чем тут лаборатория?

МС/МС

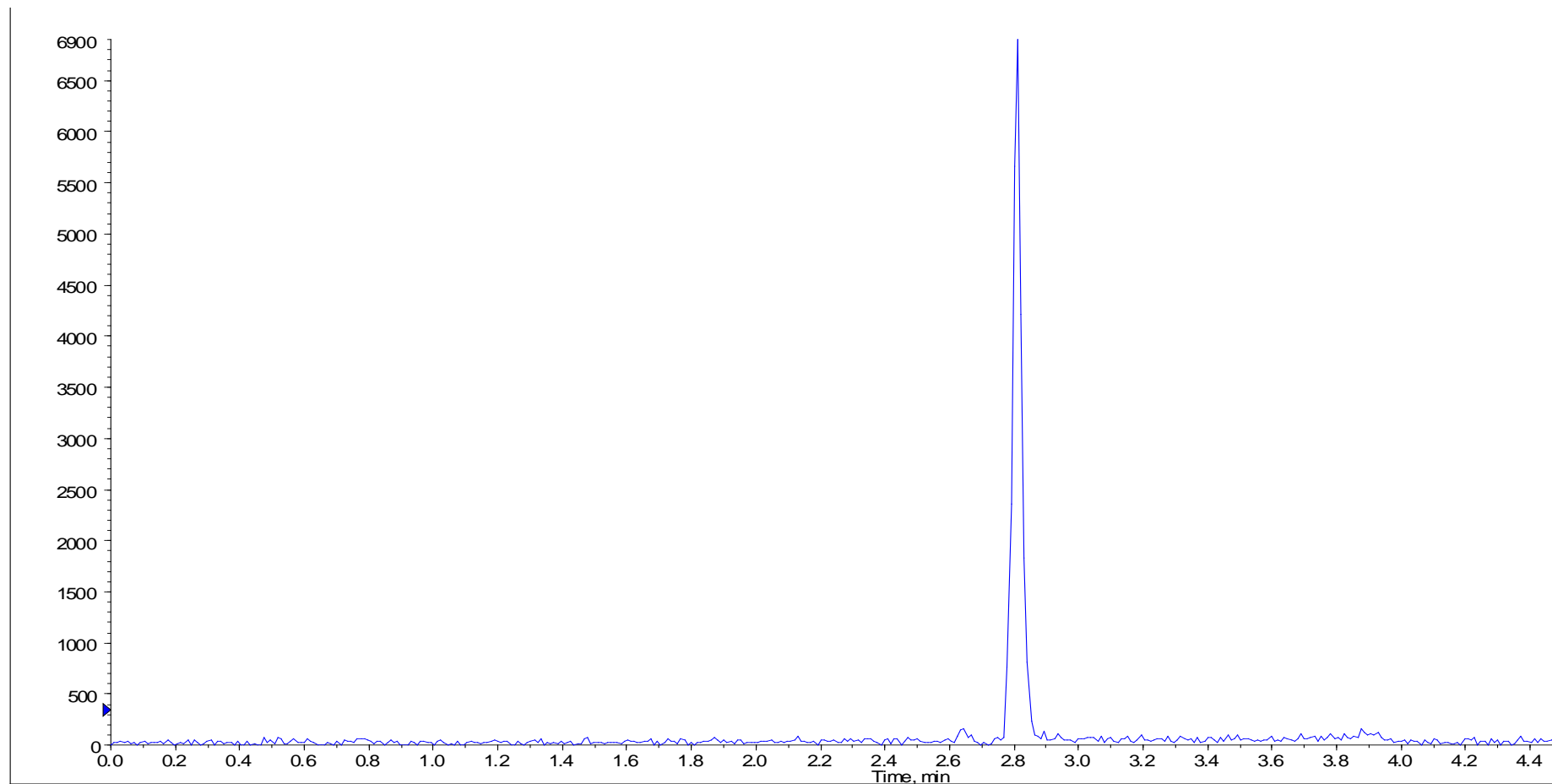


Проба



ВЭЖХ

# Как это выглядит на хроматограмме?





**Изменение матрицы, антикоагулянта – обязательно требует полной валидации!**

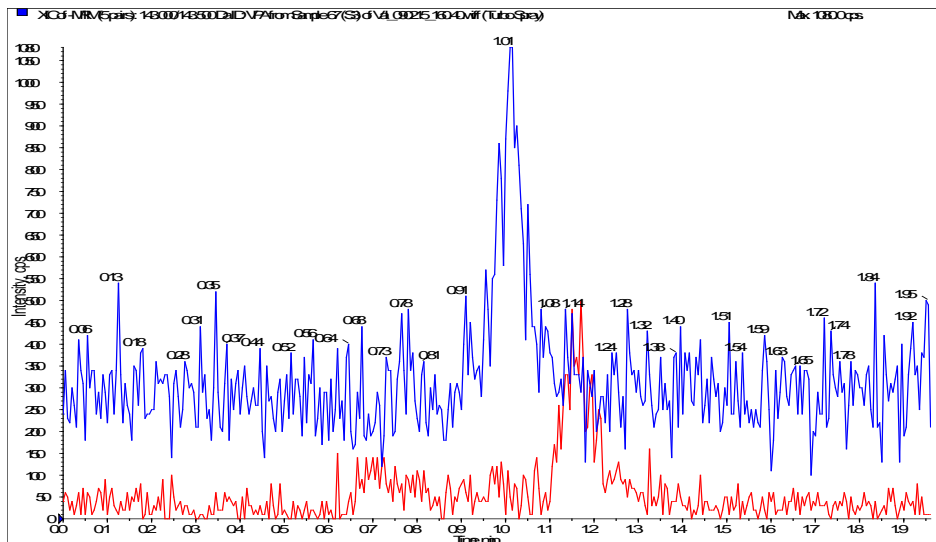
- ВЭЖХ–МС/МС метод разрабатывается и применяется впервые для данного анализа в лаборатории Экзактэ Лабс.
- Добавление других анализов (дополнительных Q1/Q3 переходов) в уже существующий аналитический метод с целью количественного определения.
- Изменение концентрационного диапазона в том случае, если новый диапазон концентраций выходит за пределы предыдущего валидированного диапазона



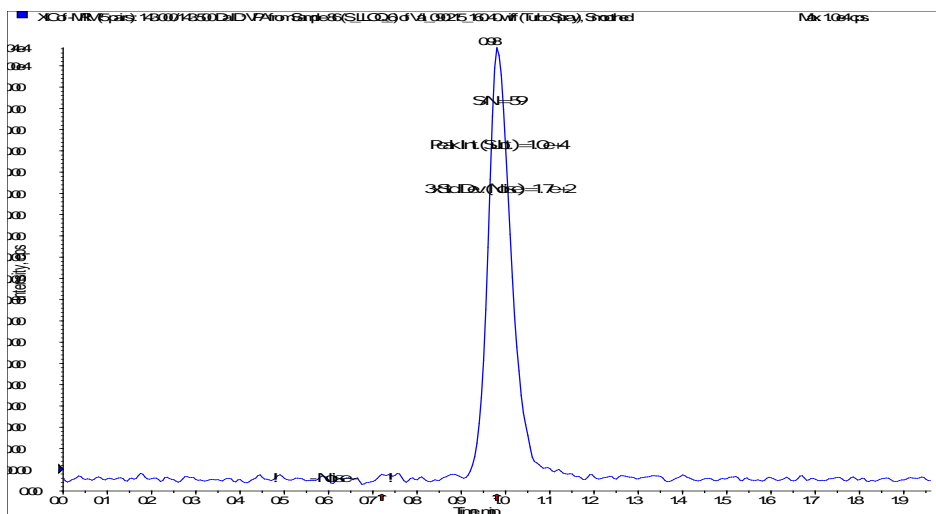
- Изменения аналитического метода (изменения в способе детекции: МС/МС/УФ, ВЭЖХ условий и т.д.)
- Замена деталей, комплектации аналитического оборудования
- Не проводился анализ валидированным методом более чем 2 месяца
- Изменения в процессе пробоподготовки
- Изменения, связанные с использованием переноса метода на другое оборудование или версии программы (QTRAP 5500 – Triple Quad 4500, и т.д.).

# Пример №1. Смена прибора

## ВЭЖХ-МС/МС №1

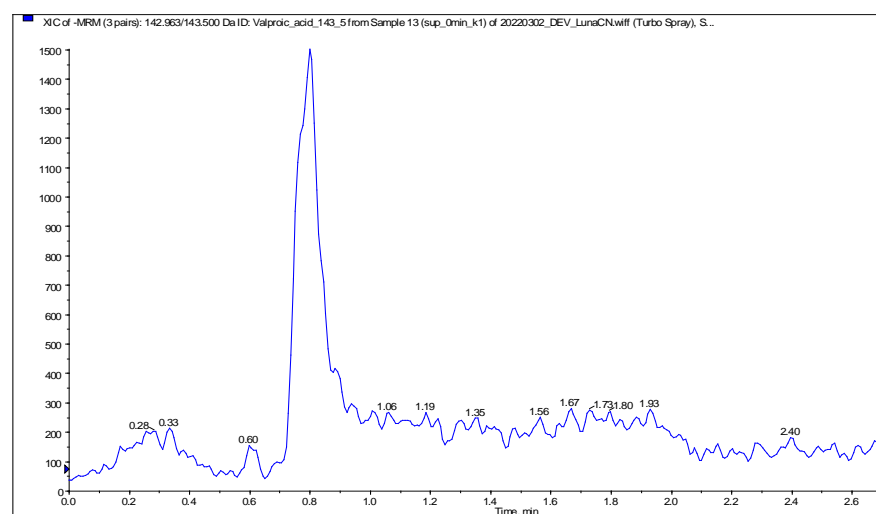
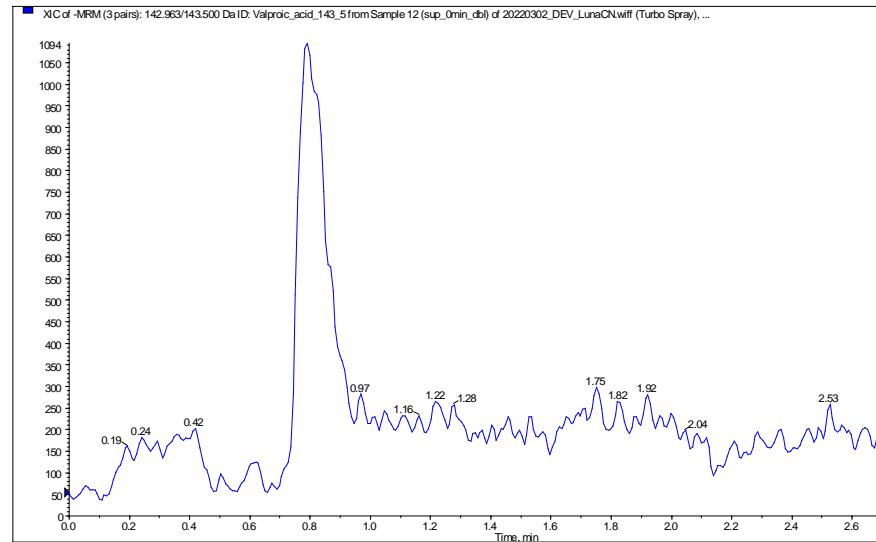


Холостой  
образец



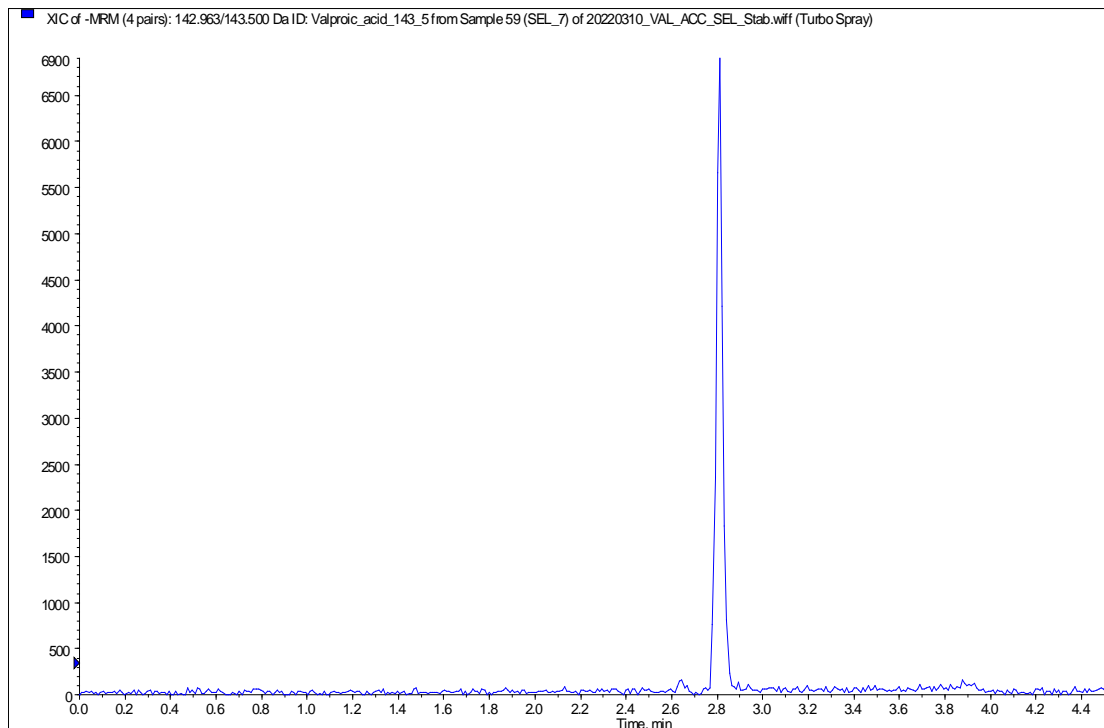
НПКО

## ВЭЖХ-МС/МС №2

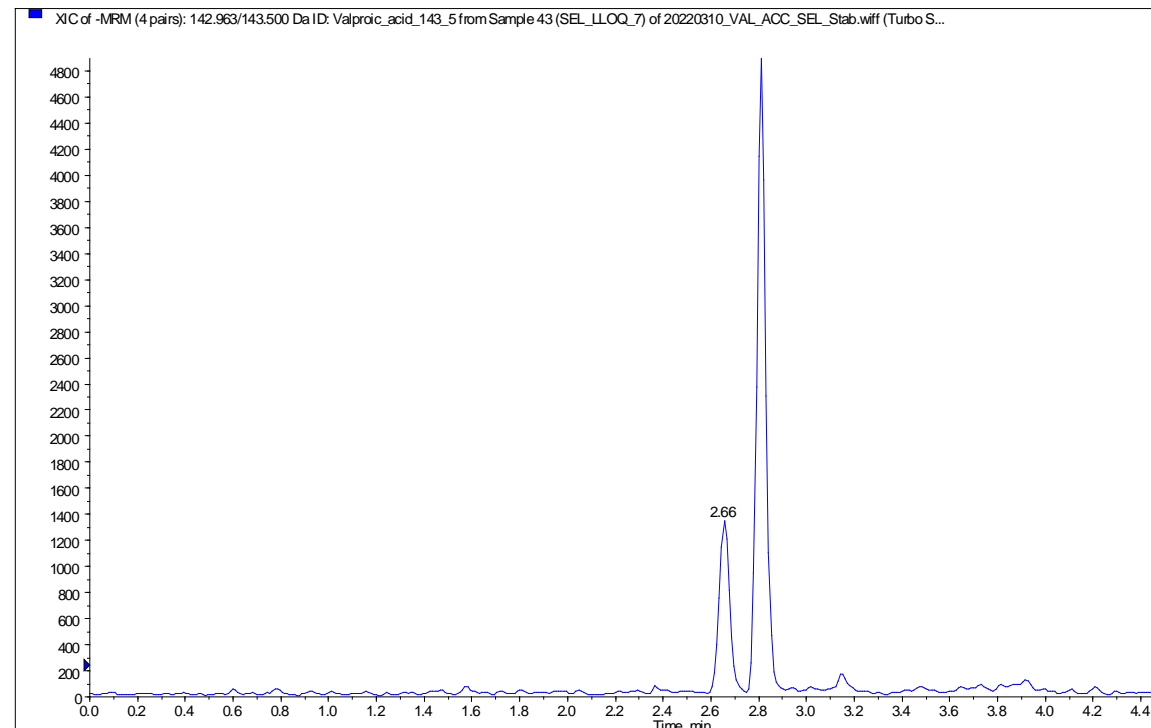


## Смена колонки, оптимизация ВЭЖХ параметров

### Холостой образец



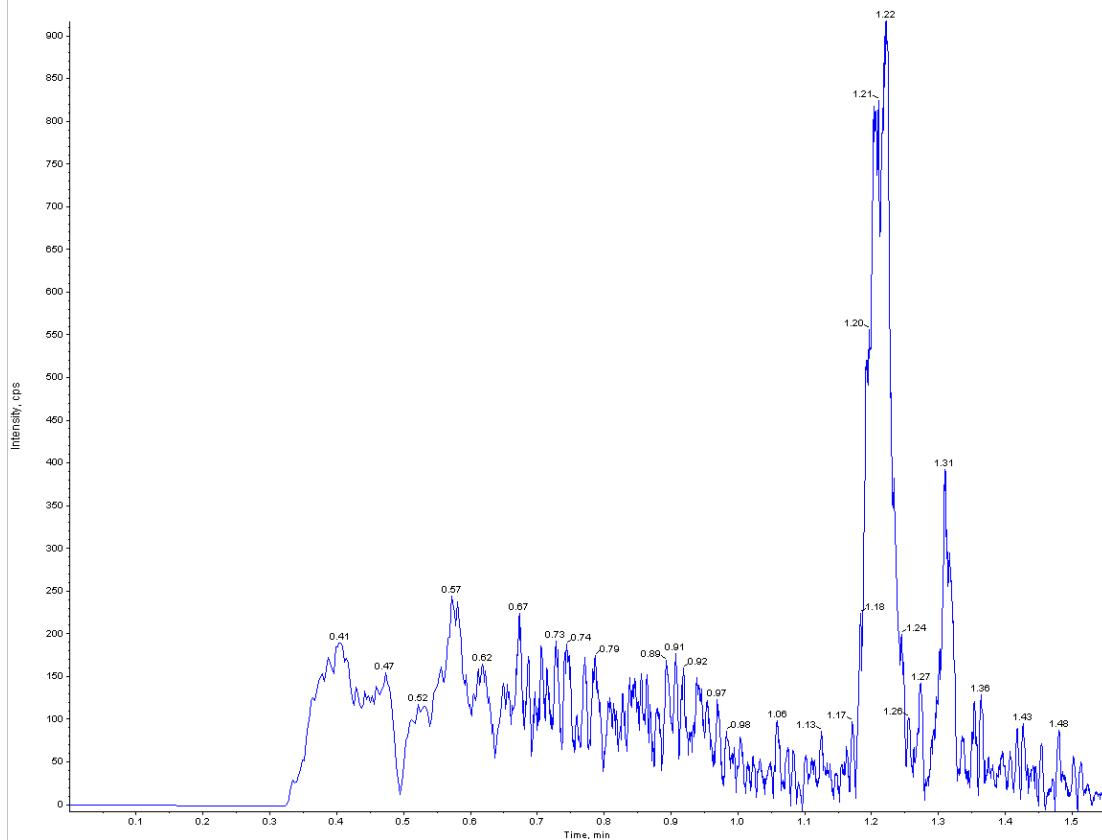
### НПКО



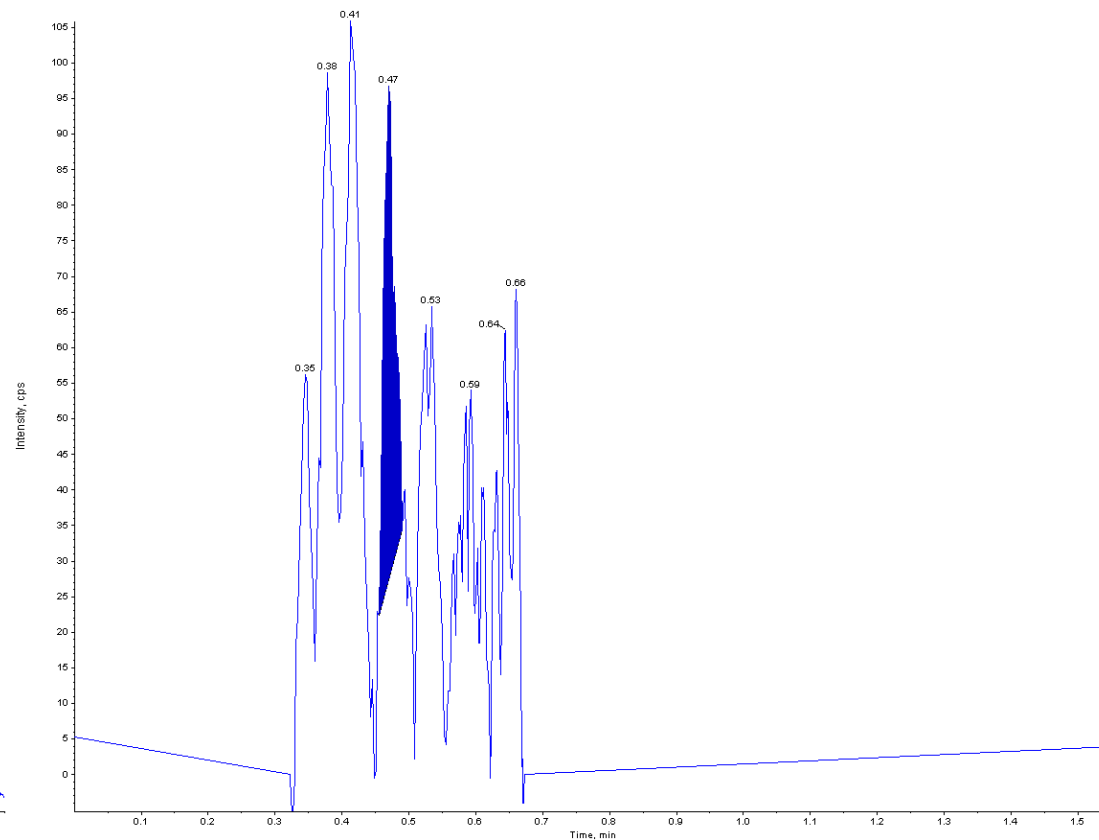
# Пример №2. Неиспользование методики

## Холостой образец при полной валидации

dbl - Vldagloptin\_154 (Double Blank) 304.200/154.100 Da - sample 45 of 158 from 20230505\_Sub01\_02.wiff  
(peak not found)



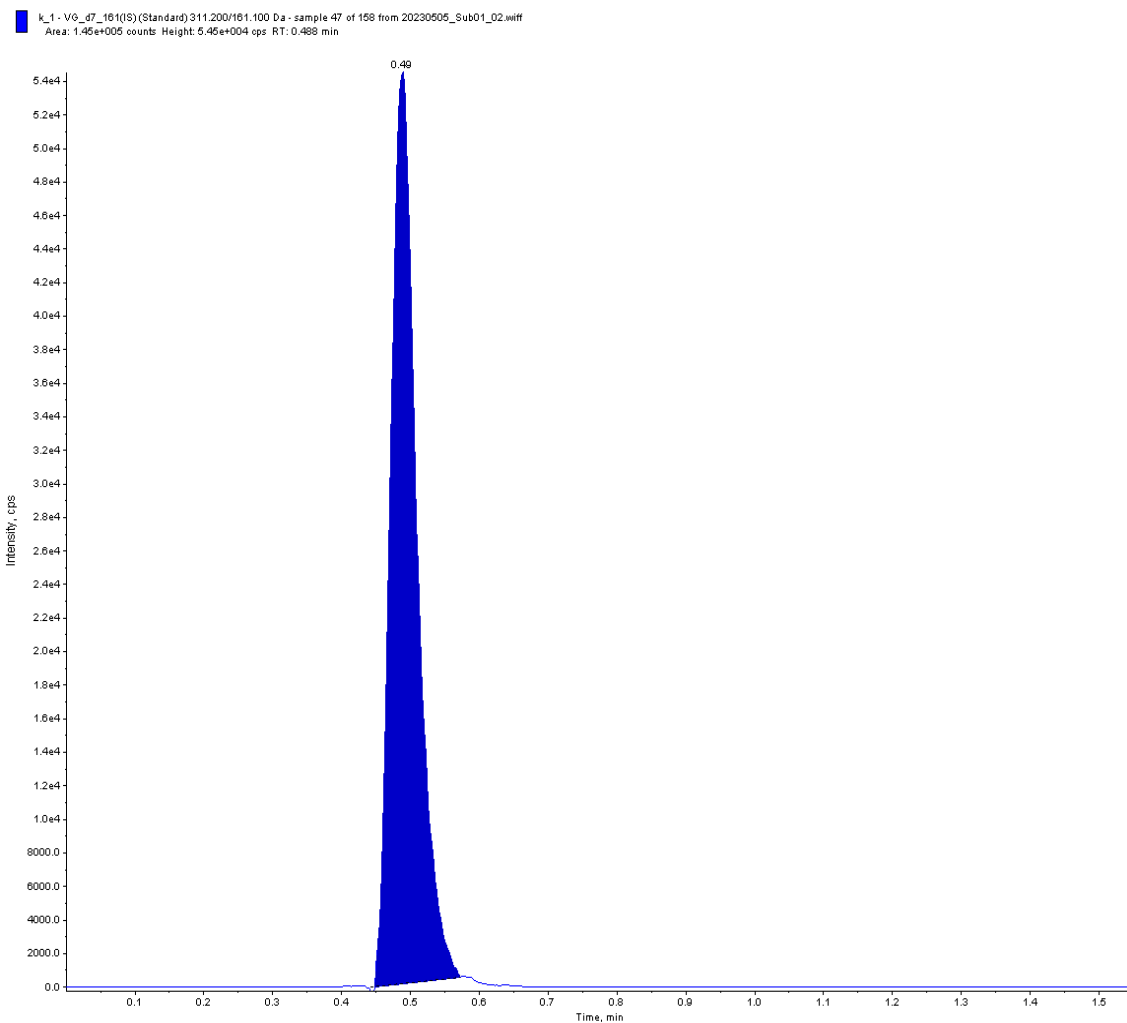
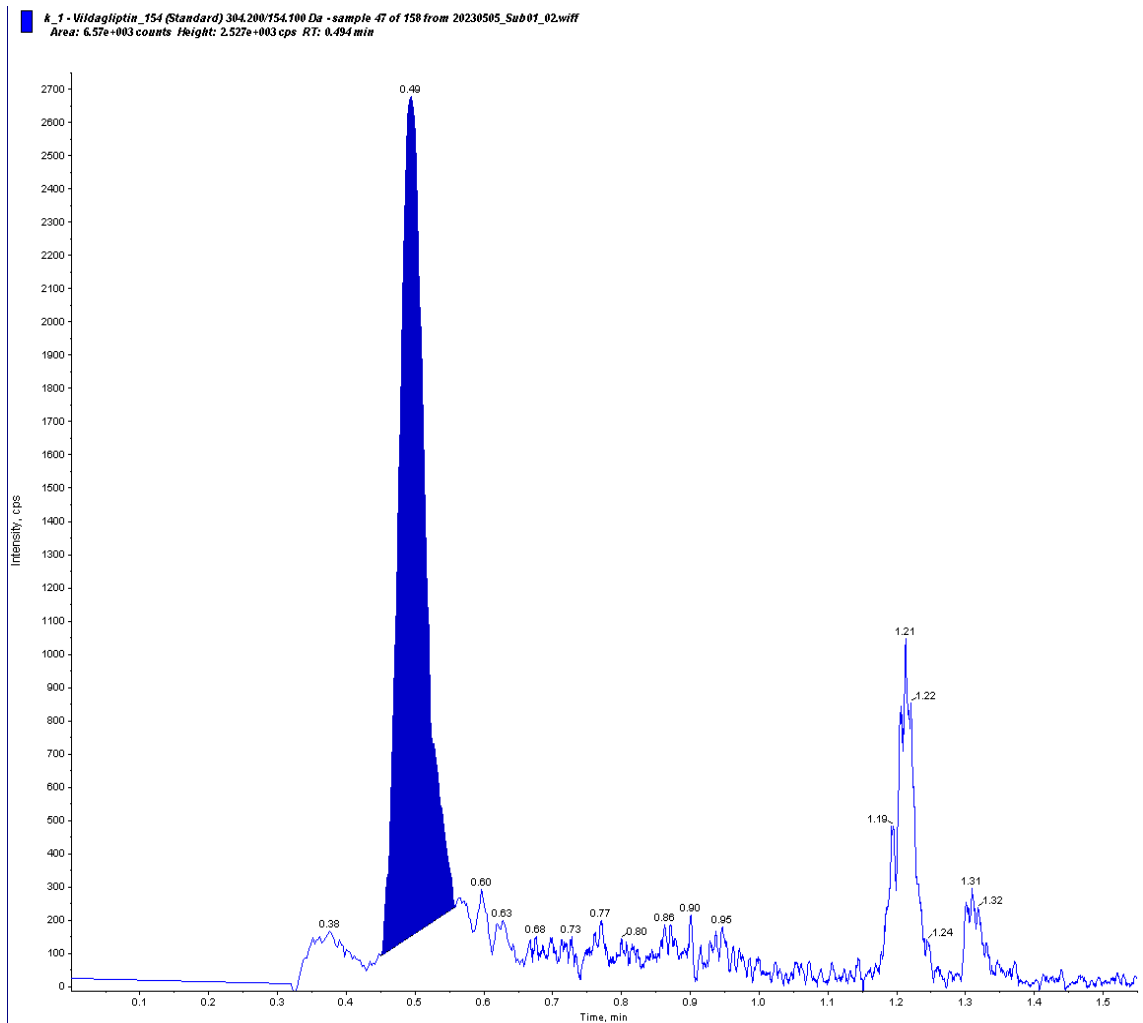
dbl - VG\_d7\_1610(S) (Double Blank) 311.200/161.100 Da - sample 45 of 158 from 20230505\_Sub01\_02.wiff  
Area: 7.48e+001 counts Height: 6.97e+001 cps RT: 0.471 min





# Пример №2. Неиспользование методики

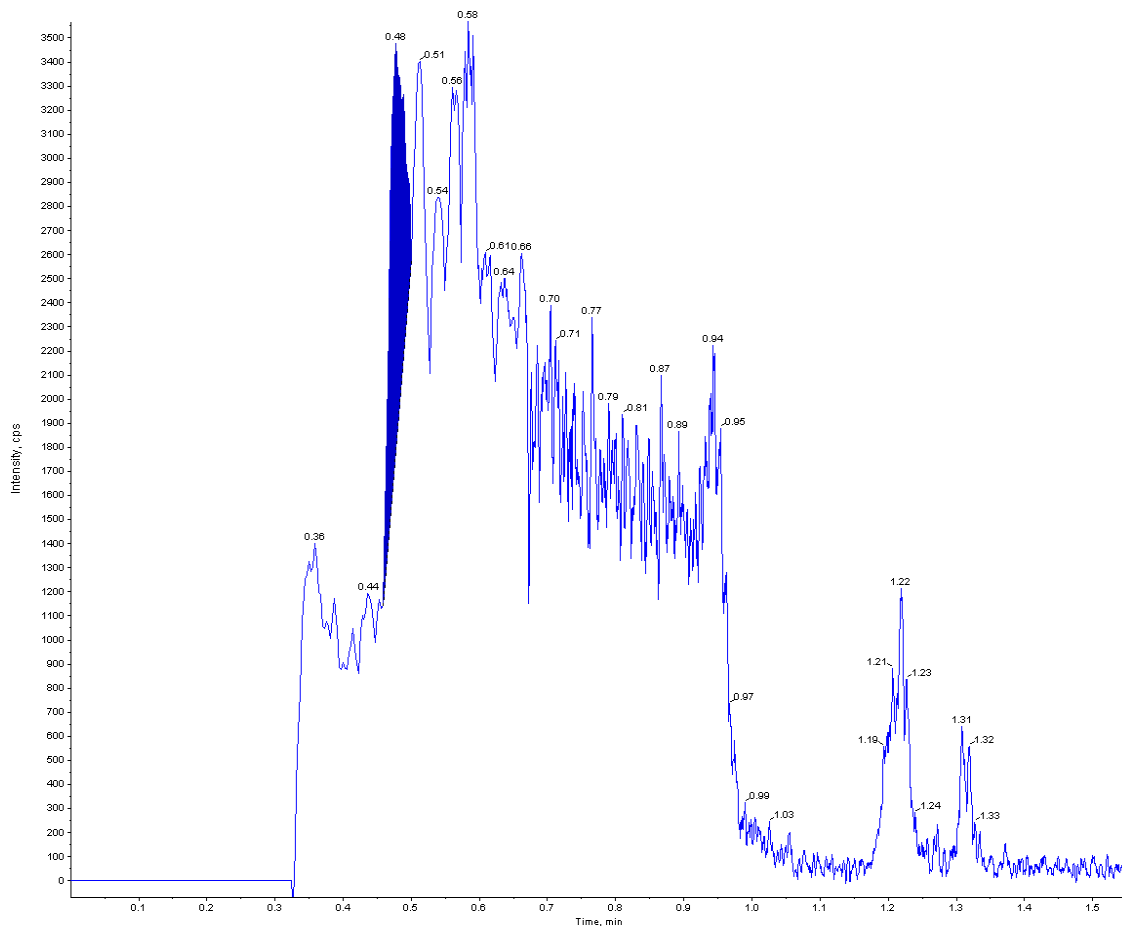
## НПКО при полной валидации



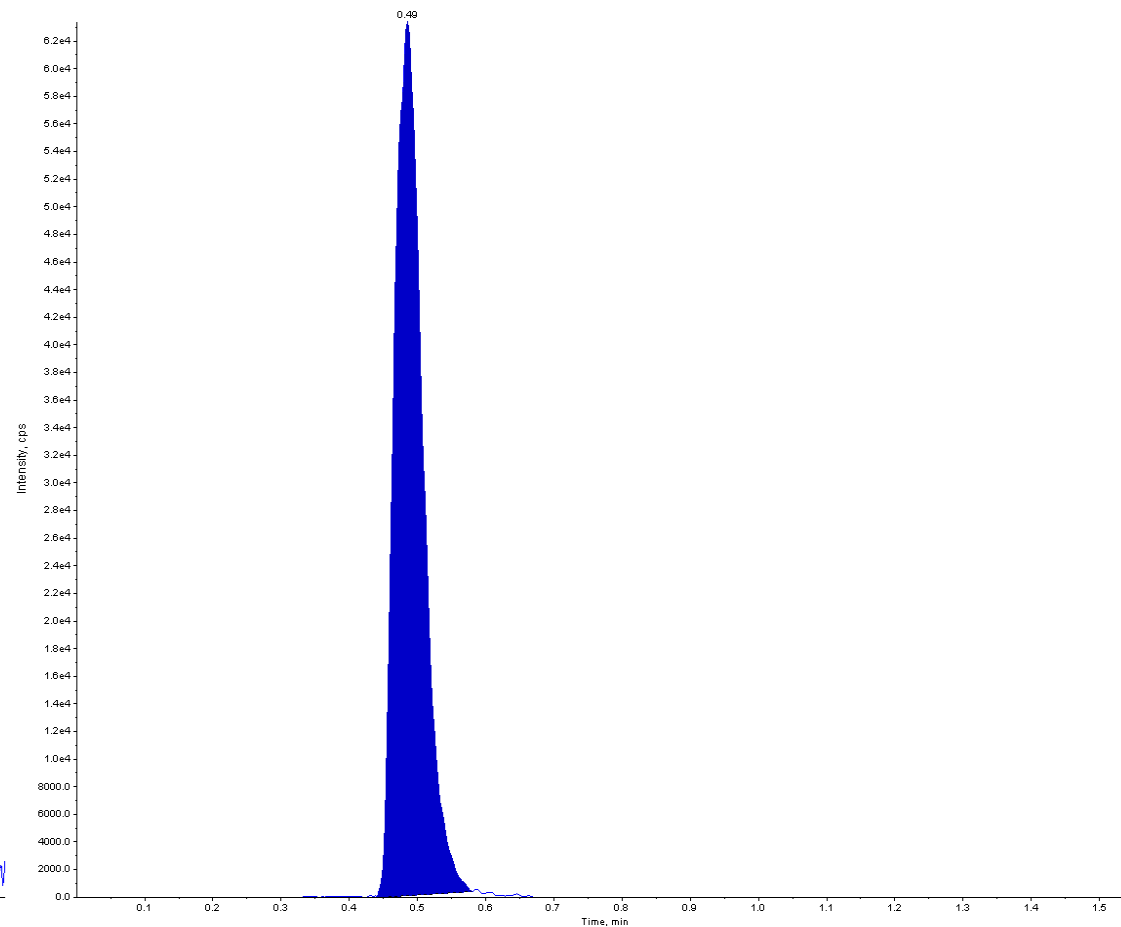
# Пример №2. Неиспользование методики

## НПКО спустя время

k\_1 - Vidagliptin\_154 (Standard) 304.200/154.100 Da  
Area: 2.38e+003 counts Height: 1.658e+003 cps RT: 0.478 min

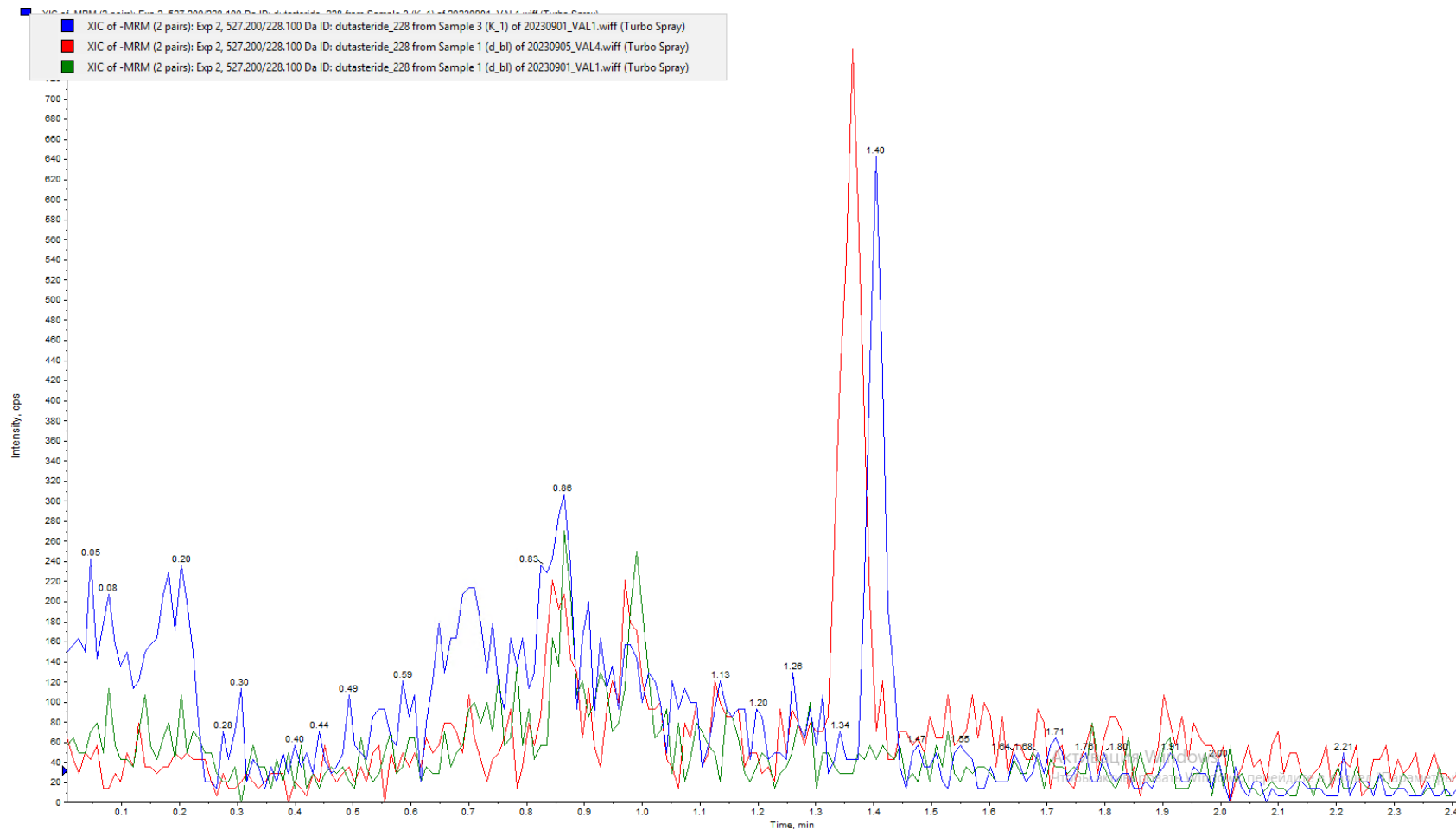


k\_1 - V9\_07\_161(S) (Standard) 311.200/161.100 Da  
Area: 1.83e+005 counts Height: 6.33e+004 cps RT: 0.486 min



# Пример № 3. Изменение МС/МС параметров

До



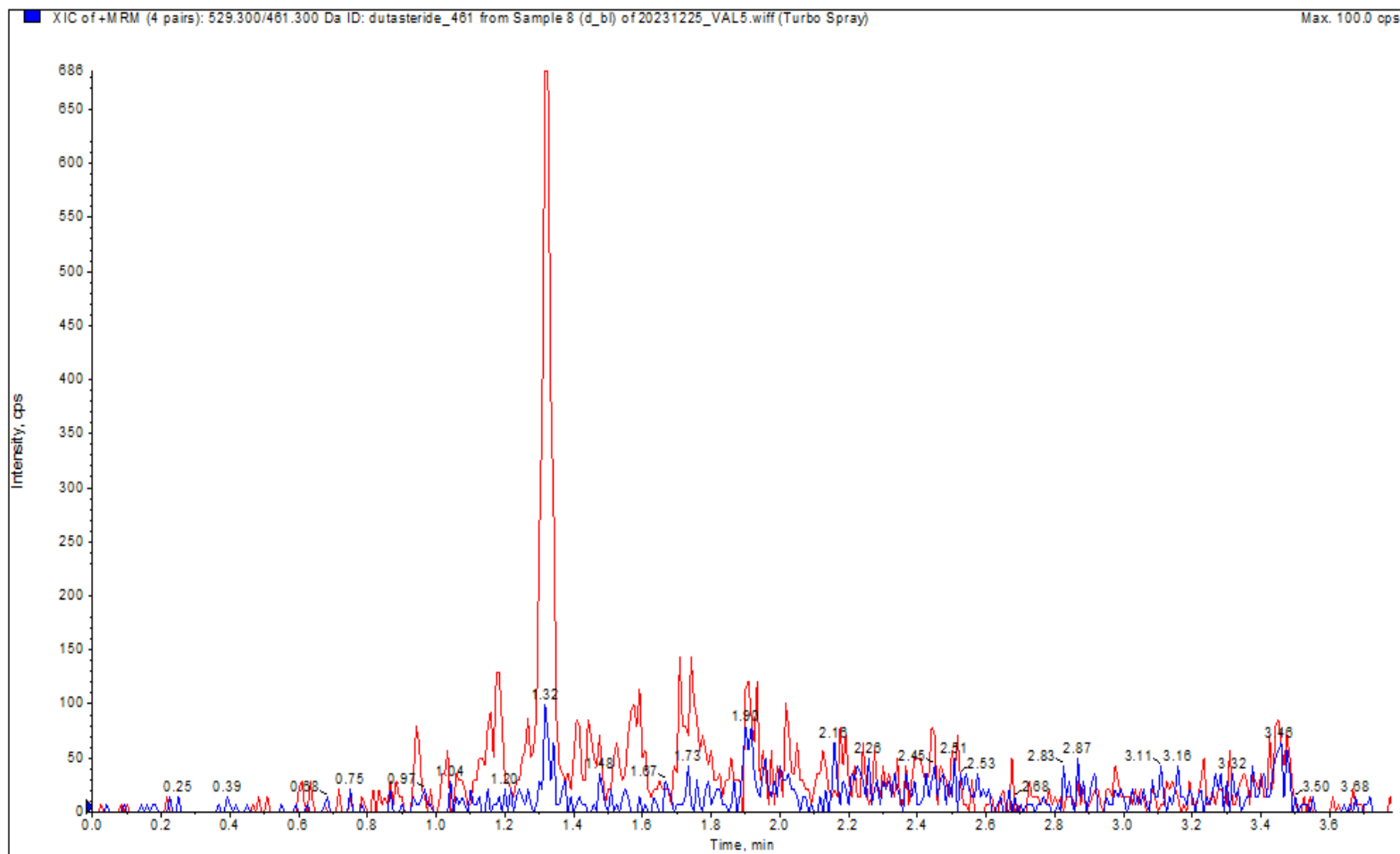
Свежеприготовленный холостой образец

Свежеприготовленный образец, содержащий аналит на уровне НПКО

Холостой образец дутастерида спустя 90 ч пост-препаративного хранения при +2-+8°C

## Пример № 3. Изменение МС/МС параметров

После



Холостой образец спустя 95 ч хранения в автосамплере при +5°C  
Свежеприготовленный образец, содержащий аналит на уровне НПКО



# Спасибо за внимание!

По вопросам темы доклада и сотрудничества пишите!



Айыына Никифорова  
Руководитель отдела  
биоаналитики

[aiyyna.nikiforova@exactelabs.com](mailto:aiyyna.nikiforova@exactelabs.com)