

9. BÖLÜM

ANALİTİK VALİDASYON



İsmail Murat PALABIYIK¹

Analitik teknikler, örnekleme kısmından sonuç aşamasında kadar çok sayıda aşama içeren yöntemler bütünü olarak değerlendirilebilir. Yüksek kaliteye sahip verilerin elde edilebilmesi için gerek ulusal gerekse uluslar arası alanda geliştirilen bu yöntemlerin doğruluğunun kabul edilmesi gerekmektedir (Eserian 2015; Marson, Consantino ve ark., 2020; Thompson, Ellison and Wood, 2002). Doğrulama terimi, doğru olduğu kabul edilen bir olgunun standartlara uygunluğunun resmi olarak kabul edilmesi anlamında değerlendirilebilir. Analitik validasyon, bir ürünün geliştirilmesinde kullanılan yöntemler içerisinde yer alan analiz sonuçlarından elde edilen verilerin toplanması ve değerlendirilmesinde kullanılır ve geliştirilen yöntemin, tekrar üretilebilir, kesin ve doğru sonuçların elde edilmesinde tutarlılık gösterip göstermediğini belirtir. Diğer bir tanımla, bir analitik yöntemin geçerliliği ya da validasyonu, çeşitli deneysel çalışmalar kullanılarak geliştirilen analiz yöntemlerinin performans özelliklerinin gereksinimlerini karşılayıp karşılamadığını gösterir. Bu çalışmalar, çok sayıda aşama ve detaylı planlama içeren yöntemler bütünüdür (Mcmillan 2016). Matematik ve istatistiğin analitik yöntemlerde önemli yer almasıyla birlikte 1940'lı yılların sonundan itibaren, geliştirilen yöntemin geçerlilik testlerinin yapılması gerekliliği ortaya çıkmıştır. Bu testlerin, analitik tekniklerin standardize edilmesi için laboratuvarlarda uygulamaya başlanması 1970'li yılların sonunu bulmuştur (Marson, Consantino ve ark., 2020; Araujo 2009).

¹ Doç.Dr., Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya AD., mpala@pharmacy.ankara.edu.tr

KAYNAKLAR

- Araujo P. Key Aspects of Analytical Method Validation and Linearity Evaluation. *Journal of Chromatography B: Analytical Technology in Biomedical Life Science*, 877 (23), 2224 – 2234, 2009. doi: 10.1016/j.jchromb.2008.09.030.
- Ermer, J. ve Miller, J.H.M. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis: A guide to best practice*, Wiley, New Jersey, 2006.
- Eserian JK. Method validation in pharmaceutical analysis: from theory to practical optimization. *Innovations in Pharmacy*, 6(1), Article No: 194, 2015. Doi:10.24926/iip.v6i1.376.
- European Medicines Agency; *ICH Harmonised tripartite guideline - Validation of analytical procedures: text and methodology Q2 (R1)*; London, 2005
- FDA US. Guidance for industry. bioanalytical method validation. September 2013. Draft Guidance ICH Harmonised Tripartite Guideline Validation of Analytical Procedures: Definitions and Methodology, European Medicinal Agency, 1995.
- Marson BM, Concentino V, Junkert AM, ve ark., Validation of Analytical Methods in A Pharmaceutical Quality System: An Overview Focused on HPLC Methods. *Quimica Nova*, 43(8), 1190 – 1203, 2020. Doi: 10.21577/0100-4042.20170589.
- Magnusson, B. ve Örnemark, U. (Ed.) (2014). *Eurachem: Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, 2nd Edition*. ISBN 978-91-87461-59-0.
- McMillan, J. (2016). *Proteomic Profiling and Analytical Chemistry*, Pawel Ciborowski ve Jerzy Silberring (Ed.) içinde (s. 239 – 251). Elsevier Inc.
- NIST; <http://www.nist.gov/>
- Raposo F. Evaluation of Analytical Calibration Based on Least Squares Linear Regression for Instrumental Techniques: A Tutorial Review. *Trends in Analytical Chemistry*, 77, 167 – 185, 2016. Doi: 10.1016/j.trac.2015.12.006
- Rozet E, Ceccato A, Hubert C ve ark. Analysis of Recent Pharmaceutical Regulatory Documents on Analytical Method Validation. *Journal of Chromatography A*, 1158, 111 – 125, 2007.
- Shabir,G.A. Validation of high-performance liquid chromatography methods for pharmaceutical analysis. Understanding the differences and similarities between validation requirements of the US Food and Drug Administration, the US Pharmacopeia and the International Conference on Harmonization. *Journal of Chromatography A*, 987, 57 – 66, 2003.
- Shah VP, Midha KK, Findlay JW ve ark. Bioanalytical Method Validation – a revisit with a decade of progress. *Pharmaceutical Research*, 17, 1551- 1557, 2000.
- Thompson M, Ellison SLR, Wood R. Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validation of Methods of Analysis (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 74(5), 835 – 855, 2002.
- U. S. Food and Drug Administration; *Analytical procedures and methods validation for drugs and biologics Guidance for Industry*; Rockville, 2015.
- USP 39, *Validation of Compendial Procedures*, 2013.