

## Validierungsbericht für Prüfungsmethode: PHYDENT-10

	Person	Datum	Visum
Erstellt			
Geprüft			
Freigegeben			

### Zusammenfassung

Die analytische Testmethode PHYDENT-10 wurde gemäss Validierungsplan validiert. Die Methode wurde untersucht in Bezug auf Spezifität und weitere kritische Parameter. PHYDENT-10 ist fähig, Probenspektren dem korrekten Produkt, unter gleichzeitigem Ausschluss anderer zu erwartender Produkte zuzuordnen. Des Weiteren ist die Methode in der Lage, Trägermaterialien und Leermessungen korrekt zurückzuweisen. Vergleichspräzision ist indirekt gegeben, da die Methode spezifisch ist. Die Validierung gilt somit als bestanden.

### Zweck

Dieser Validierungsbericht beschreibt die Validierung der Analysemethode PHYDENT-10 gemäss Validierungsplan.

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Beschreibung der Methode</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Vorgehen</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Aktzeptanzkriterien</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Resultate und Diskussionen</b>	<b>3</b>
4.1	Spezifität . . . . .	3
4.2	Weitere kritische Parameter . . . . .	3
<b>5</b>	<b>Verantwortlichkeiten</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Geräte und Software</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Referenzen und mitgeltende Unterlagen</b>	<b>4</b>
<b>A</b>	<b>Unabhängige Prüfdaten</b>	<b>5</b>
<b>B</b>	<b>Detailreport</b>	<b>5</b>
<b>C</b>	<b>Weitere kritische Parameter (Prüfdaten)</b>	<b>5</b>
C.1	Vergleichspräzision . . . . .	5
C.2	Luftfeuchtigkeit Gerät . . . . .	5
C.3	Temperatur Gerät . . . . .	5

## 1 Beschreibung der Methode

Siehe Validierungsplan.

## 2 Vorgehen

Siehe Validierungsplan.

## 3 Akzeptanzkriterien

Die Validierung gilt als bestanden falls:

1. Mindestens 99% aller Einzelmessungen des Prüfdatensatzes korrekt identifiziert werden;
2. keine falsch positiven Resultate auftreten;
3. alle Trägermaterial- und Leermessungs-Spektren korrekt zurückgewiesen werden (richtig negativ);

## 4 Resultate und Diskussionen

Alle Akzeptanzkriterien hinsichtlich Spezifität und weiteren kritischen Parametern wurden erfüllt. Die Prüfungsmethode PHYDENT ist somit für den beschriebenen Zweck geeignet (s. Validierungsplan).

### 4.1 Spezifität

Somit ist die Prüfmethode hinreichend selektiv, um 72 eindeutig und geräteübergreifend zu identifizieren. Da den Prüfdaten und den Lern/-Validierungsdaten Messungen unabhängiger Gebinde zugewiesen wurde, ist die Methode fähig, auf der Gebindeebene zu generalisieren.

### 4.2 Weitere kritische Parameter

#### Vergleichspräzision

Vergleichspräzision wurde indirekt untersucht, indem der Gesamtdatensatz auf zwei baugleichen Geräten von verschiedenen Analysten gemessen wurde (siehe Anhang C.1). Vergleichspräzision ist somit indirekt gegeben, da Spezifität gegeben ist.

## 5 Verantwortlichkeiten

Validierungsverantwortliche Personen:

Dr. Peter Staub (Phytax GmbH, Schlieren)

Fachtechnisch verantwortliche Person:

Dr. Shu-Yuan Wang-Tschen (Phytax GmbH, Schlieren)

Externe Beratung:

Dr. Jürgen Schmitt (Synthon Analytics GmbH, Heidelberg)

## 6 Geräte und Software

- ALPHA Spektrometer Basismodul (Bruker; Gerätenr. G092; Seriennr. 101938)
- ALPHA Spektrometer Basismodul (Bruker; Gerätenr. G164; Seriennr. 105305)
- ALPHA Platinum ATR Messmodul (Bruker; Gerätenr. G092; Seriennr. 101938)
- ALPHA Platinum ATR Messmodul (Bruker; Gerätenr. G164; Seriennr. 105305)
- OPUS Software Suite (Version 8.5; Bruker)
- NeuroDeveloper Software (Version 2.6; Synthon Analytics)
- R

## 7 Referenzen und mitgeltende Unterlagen

- SOP 1.11.1 „Dokumentation“
- SOP 3.2.3 „Dünnschichtchromatographie“
- SOP 3.6.6 „Referenzen für DC-Identitätsbestimmungen“
- SOP 3.6.7 „Produktspezifische DC-Referenzmuster“
- SOP 3.7.1 „MIR Spektroskopie“
- SOP 3.7.3 „FTIR-basierte Prüfmethoden der zweiten Identifikationsreihe“
- SOP 6.1.1 „Validierungsmasterplan“
- SOP 6.2.8 „Qualifizierung Infrarotspektrometer“
- SOP 6.3.1 „Methodenvalidierung“
- SOP 6.8.13 „Zugriffsregelung des IR Spektrometers“
- Arbeitsanweisung 3.7.1.A1 „MIR Methodik“
- Arbeitsanweisung 3.7.3.A1 „Entwicklung von künstlichen neuronalen Netzen in NeuroDeveloper“
- Gerätedokumentation G092, G164
- Ph. Eur. (10.5; 0765)
- Ph. Eur. (10.5; 2.8.25)
- Ph. Eur. (10.5; 2.2.24)
- Ph. Eur. (10.5; 5.21)
- Bruker Optik GmbH (2006). OPUS Spektroskopie Software Benutzerhandbuch (Version 8). Ettlingen, Deutschland.
- Fahlman, S.E. (1988) An Empirical Study of Learning Speed in Back-Propagation Networks (CMU-CS-88-162), Technical Report, Department of Computer Science, Carnegie Mellon University, Pittsburgh, PA.
- Guideline, I. H. T., 2005. Validation of analytical procedures: text and methodology. Q2 (R1), 1.

- Priddy K.L., Keller P.E., 2005. Artificial Neural Networks: An Introduction. SPIE Press.
- R Core Team (2020). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.
- Udelhoven T., Novozhilov M., Schmitt J., 2003. The NeuroDeveloper<sup>®</sup>: a tool for modular neural classification of spectroscopic data. Chemometrics and intelligent laboratory systems, 66: 219-226.

## **A Unabhängige Prüfdaten**

Siehe separate Datei.

## **B Detailreport**

Siehe separate Datei.

## **C Weitere kritische Parameter (Prüfdaten)**

### **C.1 Vergleichspräzision**

### **C.2 Luftfeuchtigkeit Gerät**

### **C.3 Temperatur Gerät**