

Дегтярева Е. А., Гарная С. В.
**ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДИКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КАРОТИНОИДОВ В ЭКСТРАКТЕ**

*Кафедра качества, стандартизации и сертификации лекарств
Институт повышения квалификации специалистов фармации НФаУ, г. Харьков*

Актуальность. Стандартизация лекарственного растительного сырья и совершенствование методов контроля качества растительных экстрактов является одним из важных условий их эффективного применения. В соответствии с современным уровнем требований, предъявляемых к аналитическим методикам, в том числе методикам по количественному анализу, они должны быть валидированы, то есть соответствовать определенным критериям пригодности.

В предыдущих работах нами был получен липофильный экстракт из мякоти тыквы (*Cucurbita pepo L.*) методом циркуляционного экстрагирования. Разработана методика количественного определения суммы каротиноидов в экстракте (мг / г) в пересчете на β -каротин.

Цель: проведение валидации методики количественного определения каротиноидов в липофильном экстракте для подтверждения ее соответствия определенным критериям пригодности.

Материалы и методы. Объектом валидации была методика количественного определения каротиноидов в липофильном экстракте тыквы методом абсорбционной спектрофотометрии в видимой области. Максимально допустимую величину неопределенности результатов анализа определяли согласно государственной фармакопеи Украины (ГФУ), учитывая возможно допустимое содержание исследуемого компонента.

Результаты и их обсуждение. В работе учитывали следующие критерии приемлемости валидационных характеристик: содержание суммы каротиноидов в пересчете на β -каротин в 1 г препарата – от 9,66 мг до 10,96 мг; максимально допустимая полная неопределенность методики ($\Delta A_s \max$) – 3,2 %; максимальная систематическая погрешность ($\max \delta$) – 1,024 %.

Линейность, правильность и сходимость изучали на 9 модельных образцах. Для полученных зависимостей величины аналитического сигнала от концентрации аналита ($y = a + bx$) рассчитывали величину свободного члена и коэффициента корреляции R_s . По значениям полученных коэффициентов оценивали линейность методики.

Готовили 9 растворов стандартных модельных образцов в соответствии с методикой количественного определения суммы каротиноидов в липофильном экстракте. Поочередно определяли оптическую плотность раствора стандартного образца и растворов модельных образцов № 1-9 по методике количественного определения каротиноидов в липофильном экстракте тыквы. По полученным данным рассчитывали приведенные концентрации испытуемого компонента (x_i, y_i, z_i).

Строили график линейной зависимости $y_i(x_i)$. Визуально оценивали линейность полученной зависимости.

Для проверки сходимости использовали полученные при проведении испытания 9 значений z_i и s_z .

Рассчитывали доверительный интервал единичного значения отношения найдено / введено z . Критерий приемлемости: отношение «найденно / введено» содержания испытуемого компонента препарата не должно отличаться от 100 % больше, чем на ΔA_s . В результате определения прецизионность выдерживалась.

Выводы. Таким образом, проведенная валидация метода абсорбционной спектрофотометрии в видимой области позволяет достоверно установить содержание каротиноидов в липофильном экстракте тыквы. Данная методика пригодна для выполнения поставленной задачи, что дает возможность внести ее в методы контроля качества на липофильный экстракт тыквы.