

ГОСТ ISO/TS 22176—2023 «ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ. АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ. РАЗРАБОТКА ОБЩЕГО ПОДХОДА К ВАЛИДАЦИИ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ»

Т. В. Королькова

ГОСТ ISO/TS 22176—2023 «Продукция парфюмерно-косметическая. Аналитические методы. Разработка общего подхода к валидации количественных аналитических методов» введен в действие постановлением Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь от 12 мая 2023 г. № 35 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 января 2024 г.

ГОСТ ISO/TS 22176 определяет общий подход к валидации количественных аналитических методов на основании построения и интерпретации профиля точности и устанавливает процедуру определения показателей их точности.

Данная процедура в первую очередь применима для проведения внутренней валидации в лабораториях, осуществляющих испытания парфюмерно-косметической продукции, но область ее применения может быть расширена для интерпретации данных, полученных в межлабораторном исследовании, спланированном в соответствии с рекомендациями ISO 5725-1 (СТБ ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения»). Установленная процедура не предназначена для микробиологических исследований. Приведенный подход может быть применен к широкому спектру матриц парфюмерно-косметической продукции. Настоящий стандарт применим только для полностью разработанных и одобренных методов, для которых ранее была исследована избирательность/специфичность и подтверждена область применения в отношении типов матриц и измеряемых величин концентраций определяемых веществ.

Целью ГОСТ ISO/TS 22176 является установление алгоритма действий при валидации методов количественного анализа в области парфюмерно-косметической продукции, что соответствует требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, т. е. использование целевых характеристик метода в качестве базовых принципов.

Аналитические методы, используемые для анализа парфюмерно-косметической продукции,

должны быть валидированы. Долгое время валидация рассматривалась как процесс, состоящий из отдельных проверок нескольких различных критериев, таких как избирательность, повторяемость, линейность, правильность и т. д. Общий подход, предложенный в 2003 году, основан на концепции суммарной погрешности, и понятие «общий» означает, что при валидации метода должна проводиться проверка на соответствие только одному критерию — совпадению получаемого результата испытания с истинным значением. Такой процесс уже применялся в области фармацевтики, агрохимии и согласуется с требованиями руководящих документов в области обеспечения качества, таких как GLP или ISO/IEC 17025. Такой способ валидации применяется, как правило, к уже разработанным методам и включает в себя оценивание следующих показателей: избирательность/селективность, прецизионность, правильность, диапазон линейности, предел обнаружения (LOD)/предел количественного определения (LOQ), стабильность, устойчивость.

Широкий спектр парфюмерно-косметической продукции и разнообразие матриц приводят к появлению сложных задач в работе аналитической лаборатории, связанных с выполнением требования по адаптации стандартизованных методов применительно к каждому типу образцов. Дополнительные трудности могут быть связаны с требующими измерения очень низкими концентрациями порядка мг/кг (ppm) или мкг/кг (ppb). В данном случае такие критерии, как точность и неопределенность измерений аналитических результатов, имеют первостепенное значение.

При определении в аналитической лаборатории концентрации вещества очень важно оценить расхождение между измеренным значением и известным истинным значением. Эта разность будет отражать правильность анализа. Если образцы парфюмерно-косметической продукции анализируются несколько раз в различных условиях (разные лаборатории, разное оборудование, разные операторы), отдельные результаты будут

иметь разброс вокруг среднего значения, которое характеризует прецизионность измерений. Что касается отдельного измерения, то оно характеризуется погрешностью по отношению к среднему значению и суммарной погрешностью по отношению к опорному значению (т. е. истинному значению).

При измерении в лаборатории концентрации заданного вещества в образце парфюмерно-косметической продукции получаемое при этом значение характеризуется определенной точностью, которая включает одновременно и правильность, и прецизионность (см. рисунок 1). Точность также может рассматриваться в виде суммарной погрешности. Гарантирование точности результата, не превышающей допустимые пределы, является одним из способов обеспечения достоверности измерений.

Так называемый «профиль точности» (графическая зависимость точности от концентрации), построением которого занимаются в различных областях, представляет собой источник информации о точности результата, полученного при применении данного метода на данном типе образцов в условиях данной лаборатории.

Для получения профиля точности необходимо выполнить специальное исследование, позволя-

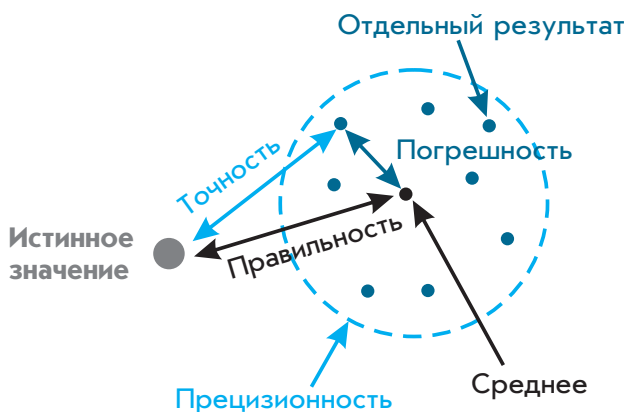


Рис. 1. Схематическое изображение понятий точности, прецизионности и правильности

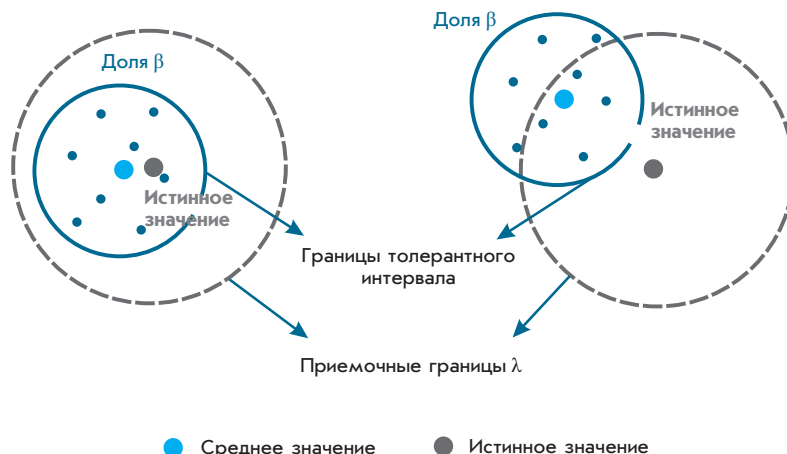


Рис. 2. Схематическое изображение принципа валидации

ющее продемонстрировать пригодность аналитического метода, а также точность измерений для данного вещества. Согласно данному подходу требуется определить толерантный интервал, который содержит заданную долю (β) измеренных в будущем значений (в среднем). Если, принимая во внимание некоторые параметры (такие как вид и концентрация определяемого вещества, тип матрицы и анализа), а также условия экспериментов, этот толерантный интервал располагается внутри предварительно установленных приемочных границ, то в этом случае метод будет рассматриваться как пригодный, в противном случае — как непригодный (см. рисунок 2).

Толерантный интервал (с β - ожиданием): Интервал, который в среднем содержит определенную долю, равную β %, получаемых в будущем результатов в соответствии с установленным методом и для заданной концентрации.

Примечание 1 – Границы интервала рассчитываются на основании результатов экспериментов, выполненных с целью валидации.

Примечание 2 – Значение 80 % для β % означает, что в среднем один из пяти результатов будет выходить за границы интервала при работе с концентрациями вблизи предела количественного определения.

Татьяна Владимировна КОРОЛЬКОВА

ведущий инженер по стандартизации
НИОЗТМ, НТП БелГИМ,
кандидат химических наук

Дата поступления 20.01.2024