

В.В. Євлаш, д-р техн. наук, проф. (*ХДУХТ, Харків*)

С.М. Губський, канд. хім. наук, доц. (*ХДУХТ, Харків*)

О.В. Добровольська, ст. викл. (*ХДУХТ, Харків*)

О.І. Юрченко, д-р хім. наук, проф. (*ХНУ ім. В.Н. Каразіна, Харків*)

ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДИК ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ КОНТРОЛЮ ЯКОСТІ ХАРЧОВИХ СИСТЕМ: КОНЦЕПЦІЯ ТА ДОСВІД ВИКОРИСТАННЯ

За сучасних умов якість сировини та харчової продукції є одним з пріоритетних напрямів розвитку харчової галузі. Це стосується як існуючих, так і інноваційних (фортифікованих, функціональних, лікувально-профілактичних тощо) харчових продуктів.

Під якість харчової продукції розуміють сукупність властивостей, завдяки яким вона відповідає вимогам споживача, у тому числі харчову, біологічну та енергетичну цінність, безпечність. Завдання забезпечення якості харчових продуктів неможливо розв'язати без ефективно функціонуючих випробувальних лабораторій, у тому числі лабораторій хімічного аналізу.

У загальному вигляді хімічний аналіз виконується за декількома послідовними стадіями: постановка задачі аналізу; вибір методу та методики; одержання представницької проби; виконання необхідних операцій хімічного аналізу; вимірювання аналітичного сигналу; розрахунок результатів і складання звіту. Важливість кожної стадії безсумнівна. Наприклад, під час постановки задачі аналізу необхідно врахувати:

- що саме необхідно узнати, потрібен якісний або кількісний аналіз?
- для чого буде використана одержана інформація?
- коли ця інформація потрібна?
- наскільки точними повинні бути результати?
- який бюджет відпущено на аналіз?
- за яким планом можна виконати аналіз найбільш раціонально й ефективно?

Тільки після відповіді на кожне з цих питань та з їх урахуванням слід переходити до стадії вибору методу та методики. Зауважимо, що хімічний аналіз харчових продуктів може здійснюватись багатьма методами: хімічними, фізико-хімічними, фізичними, біоаналітичними. На основі аналізу доступних аналітичній лабораторії методів з урахуванням специфіки харчових продуктів як об'єктів аналізу (тип та розмір проби, необхідність прободготовки, потрібна чутливість,

точність, експресність визначення тощо) серед великої кількості різних методик обираються ті, за якими можна одержати результати, визначені метою аналізу. Деякі з цих методик можуть бути стандартними, атестованими на правильність результатів при визначенні даного аналіту у даній матриці, але більшість з них, внаслідок складності харчових систем як об'єктів аналізу, вимагають додаткової стандартизації – валідації.

Під валідацією методики розуміють процес, призначений документально довести, що результати, одержані за допомогою методики, прийнятні з огляду на мету їх використання. У цілому валідація завжди охоплює два аспекти:

- сутність проблеми та вимоги до даних;
- сутність методики та її можливості.

Вітчизняними та міжнародними організаціями вироблено низку документів, що регламентують процес валідації методик, згідно з якими валідація включає у себе визначення таких показників: селективність, лінійність градувальної залежності, правильність, відтворюваність, чутливість, робочий діапазон, межа виявлення, межа кількісного визначення, стійкість тощо. Зазначені показники встановлюють або в умовах певної лабораторії, або у міжлабораторному експерименті.

Метою представленої доповіді є показ важливості та необхідності валідації методик хімічного аналізу для контролю якості харчових систем при визначенні їх придатності щодо вирішення конкретних завдань. Відмітимо, що таку процедуру обов'язково слід проводити для нестандартизованих методик (взятих з наукової літератури, продуктів власної розробки тощо), а у деяких випадках (насамперед, у разі зміни складових матриці харчової системи) – і для стандартизованих методик. Для досягнення мети був проведений аналіз декількох методик. В даному повідомленні розглянемо, як приклад, процедуру валідації методики визначення вмісту йоду у сушених сланях водоростей методом кулонометричного титрування. Зауважимо, що на сьогодні існує фармакопейна методика визначення вмісту йоду у сушених сланях ламінарії як у лікарському засібі. Нову методику було розроблено для більш широкого кола сушених сланей водоростей (ламінарії, фукуса, вакаме та норі), які розглядаються як дієтичні добавки для введення в рецептури деяких харчових продуктів.

Селективність характеризує можливість визначення того чи іншого аналіту без перешкод, зумовлених складністю матриці зразка. Вплив матриці може призводити як до завищених, так і до занижених результатів. Для оцінювання селективності спочатку визначили вміст

аналіту у матриці (g_m), в стандартному розчині (g_{st}) та у розчині, що містить матрицю з добавкою стандартного розчину (g_{m+st}) (табл. 1). Розраховані величини похибок дозволяють стверджувати, що розроблена методика селективна щодо визначення вмісту йоду.

Таблиця 1

Експериментальні дані щодо селективності методики визначення вмісту йоду в розчинах ламінарії (n=5, P=0,95)

Знайдено в вакаме g_m , МГ	Введено ст. розчину g_{st} , МГ	Розраховано g_{m+st} , МГ	Знайдено g_{m+st} , МГ	S_r
65,68	75,26	140,9	141,3±3,8	0,01
65,14	106,2	171,4	172,6±3,6	0,01
64,08	122,1	186,2	187,3±4,1	0,02

Важливим показником, що визначається під час валідації методики хімічного аналізу, є лінійність градувальної залежності, яка показує, що аналітичний сигнал лінійно залежить від концентрації реагента у деякому діапазоні концентрацій. Для визначення цього показника зазвичай застосовують стандартні розчини у діапазоні від 50 до 150% передбачуваної концентрації аналіту. Оскільки вміст йоду в означених об'єктах коливається від 5 до 800 мг/100 г (в подальшому, в розрахунку на суху речовину), було використано п'ятнадцять стандартних розчинів з вмістом йоду від 0,1 до 1200 мг/100 г. Результат наведено на рис.

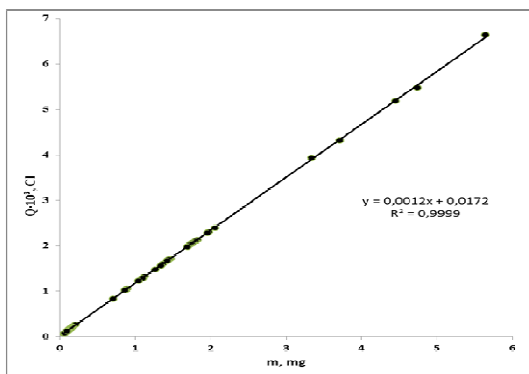


Рис. Графік залежності аналітичного сигналу від вмісту аналіту

Правильність показує близькість результату аналізу до дійсного вмісту аналіту в пробі. Для визначення цієї величини використовували метод «введено – знайдено» для стандартних розчинів калію йодиду (табл. 2).

Таблиця 2

**Результати кулонометричного визначення вмісту йоду
у стандартних розчинах KI (n = 5, P = 0,95)**

Досліджувана система	Введено, мг/100 г	Знайдено, мг/100 г	S _r
Водний розчин KI	823,9	822,5	0,011
	411,7	407,4	0,010
	166,5	166,7	0,0039
	83,51	83,42	0,0010
	16,86	16,87	0,0019
	0,864	0,859	0,0058
	0,495	0,494	0,0047
	0,202	0,205	0,0037

Відтворюваність методики можна охарактеризувати шляхом багаторазового проведення аналізу однієї проби. Шляхом аналізу 12 проб було встановлено, що відтворюваність нової методики складає 5...10% залежно від пробопідготовки і зовнішніх умов вимірювань.

Чутливість методики – можливість розрізнити за її допомогою дві близькі концентрації аналіту. Чутливість нової методики, згідно з рис., дорівнює 0,0012 або 0,12%.

Робочий діапазон методики – область концентрацій, у якій результати аналізу мають потрібну правильність та відтворюваність. Для нової методики робочий діапазон складає 0,495...1200 мг/100 г. На основі тестових проб з використанням стандартного відхилення були визначені межа виявлення та межа кількісного визначення, які дорівнювали 0,47 та 1,42 мг/100 г відповідно.

Для визначення стійкості нової методики вимірювання проводили, змінюючи розміри проб, температуру, рН, силу струму. Було встановлено, що дані чинники майже не впливають на результат аналізу, максимальна погрішність аналізу складає 2%.

Підсумовуючи викладене, наголосимо, що сукупність визначених валідаційних параметрів дає змогу стверджувати на можливості застосування нової методики визначення вмісту йоду у сушених сланях водоростей методом кулонометричного титрування.