


**ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭТИЛОВОГО
СПИРТА В ЖИДКОЙ ПАРФЮМЕРНО-
КОСМЕТИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ**

Авторы:

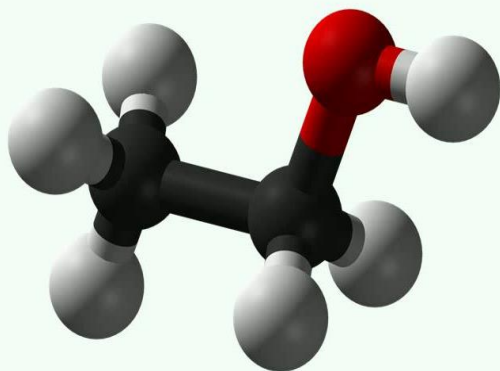
Шилова Н. А., Ковшова Т.В.

Лаборатория хроматографических исследований



В большом количестве парфюмерно-косметической продукции применяется этиловый спирт, но существуют средства в составе которых нет спирта (no alcohol) или его количество минимально. Добавление в жидкую парфюмерно-косметическую продукцию этилового спирта может привести к пересушиванию и раздражению кожи (потому что ускоряет испарение влаги с ее поверхности и нарушает барьерные функции эпидермиса), шелушению, стянутости кожи, образованию морщин и заломов, ухудшению течения акне и усилению жирности кожи.

Этанол





Показатель объемной доли этилового спирта в продукции парфюмерно-косметической жидкой нормируется в ГОСТ 31679–2012 «Продукция косметическая жидкая. Общие технические условия» и составляет 0,0–85,0 % об. Объемную долю этилового спирта в косметических жидкостях по этому ГОСТу определяют методом газовой хроматографии или методом отгона. Допускается определять объемную долю этилового спирта по плотности при условии совпадения результатов испытания с результатами вышеперечисленных методов в пределах $\pm 2\%$.





Определение объемной доли этилового спирта методом газовой хроматографии осуществляется по ГОСТ 29188.6-91 «Изделия парфюмерно-косметические. Газохроматографический метод определения этилового спирта» по массовой доле этилового спирта с последующим пересчетом по алкоholeметрическим таблицам в объемную долю. Настоящий стандарт распространяется на парфюмерно-косметические изделия и устанавливает газохроматографический метод определения этилового спирта в парфюмерно-косметических жидкостях, содержащих спирт. Однако, он не позволяет определить небольшое содержание этилового спирта или его отсутствие. Для этого была проведена валидация этого метода с одновременным написанием стандартной операционной процедуры(СОП).

Приготовление градуировочных растворов

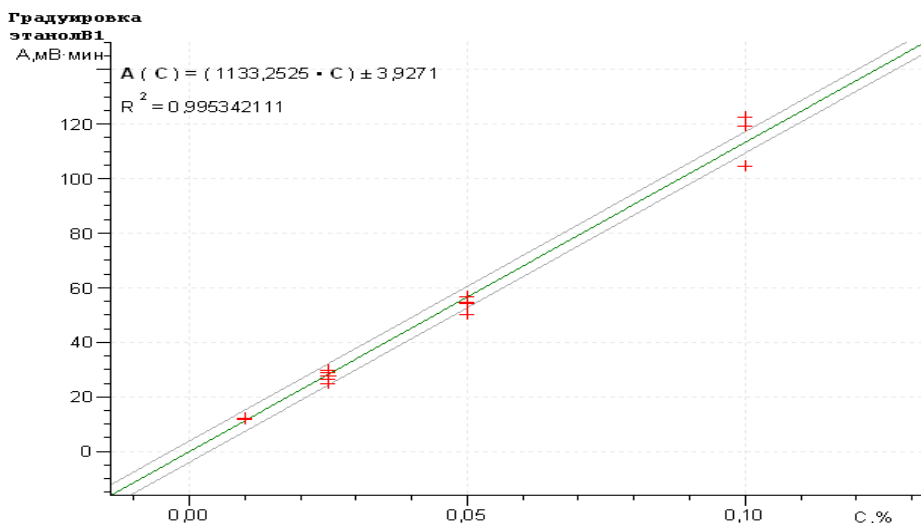
Прибор градуируют по искусственным растворам методом абсолютной градуировки. Состав градуировочных растворов должен быть близким к анализируемым пробам. Градуировочные растворы готовят из этанола с содержанием основного компонента не менее 96,3 % на деионизованной воде.

Основной раствор этилового спирта. В мерную колбу с шлифованной пробкой, вместимостью 100 см³, помещают 40-50 см³ деионизованной воды. Добавляют пипеткой 5,0 см³ стандартного образца, при этом немного опуская носик пипетки в деминерализованную воду. Извлекают пипетку из колбы и осторожно круговыми движениями перемешивают содержимое колбы. Объем доводят деионизованной водой до метки, плотно закрывают мерную колбу притертой пробкой и осторожно перемешивают раствор. Получают основной раствор этилового спирта в деионизованной воде с объемной долей 5,0%.

Для получения рабочих градуировочных растворов последовательно разбавляют основной раствор. Готовят растворы массовой долей этилового спирта 2,5%, 1,0%, 0,5%, 0,25%, 0,1%, 0,05%, 0,025%, 0,01%.

Градуировку хроматографа выполняют, используя четыре серии градуировочных растворов (№№8,7,6,5) с концентрациями 0,01, 0,025, 0,05 и 0,1 об% и шесть серий градуировочных растворов (№№5,4,3,2,1,основной) с концентрациями

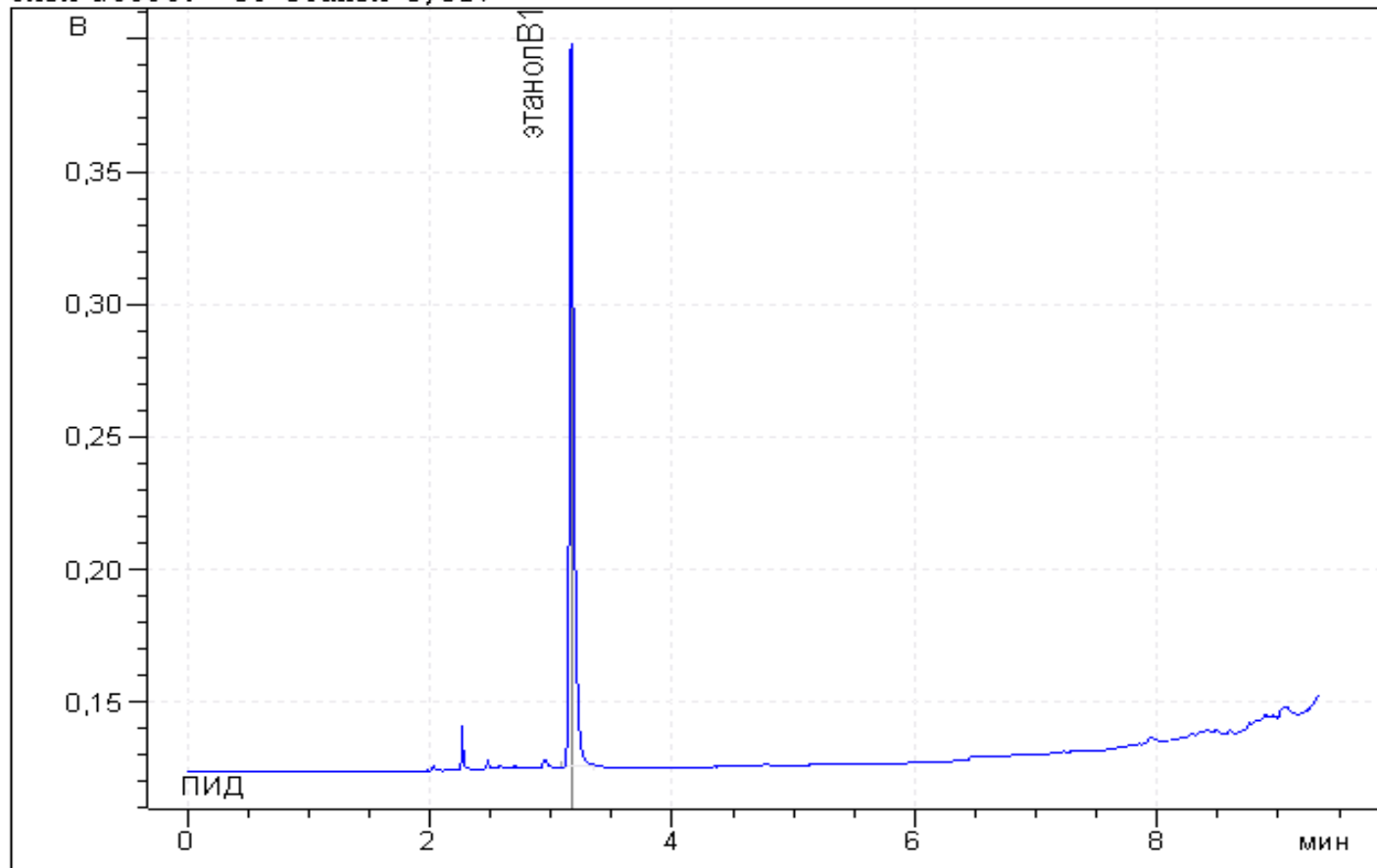
0,1 0,25, 0,5, 1,0, 2,5, 5,0 об%. Градуировочные растворы анализируют в порядке возрастания концентрации. Каждый раствор хроматографируют не менее двух раз.





Типичная хроматограмма

Слой №3336: "ст этанол 0,01%"



Слой №3336: "ст этанол 0,01%"

#	t, мин	A, мВ·мин	C, %	Градирова	Название
1	3,165	11,87138	0,01000	этанолВ1	этанолВ1
2		11,87138	0,00000		Группа №0



Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Содержание этилового спирта (X), в объемных процентах вычисляют по формуле:

$$X_v = \frac{C_{\text{пр}} \times P}{100}, \text{ где}$$

$C_{\text{пр}}$ – содержание этилового спирта в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, об%;

P – содержание основного вещества в этиловом спирте, %

При разбавлении пробы содержание этилового спирта рассчитывают по формуле:

$$X_v = \frac{C_{\text{пр}} \times V_1 \times P}{V_2 \times 100}, \text{ где}$$

$C_{\text{пр}}$ – содержание этилового спирта в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, об%;

V_1 – объем мерной колбы, взятый для разбавления образца; см³

V_2 – объем анализируемой пробы образца, взятого для разбавления, см³;

P – содержание основного вещества в этиловом спирте, %

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.



Далее были установлены аналитические характеристики методики испытаний: избирательность, линейность и диапазон применения, правильность, повторяемость.

Результаты погрешностей измерения:

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений, характеристика погрешности (d) результата анализа X с вероятностью $P=0,95$ не превышает значений, приведенных в таблице

Диапазон измерений, об%	Предел повторяемости, $r_{отн}, \%$	Предел промежуточной прецизионности, R, %	Показатель правильности, %
От 0,01 до 0,1 об%	7,1	14,3	7,6
Св. 0,1 до 5,0 об% включ.	19,1	13,8	5,4



Выводы

Валидация процедуры испытаний определения этилового спирта в жидкой парфюмерно-косметической продукции методом газожидкостной хроматографии выполнена в соответствии с составленным Планом валидации.

Процедура испытаний при использовании имеющихся в распоряжении аналитической лаборатории средств измерения, вспомогательных устройств, материалов и реактивов позволяет получить результаты, удовлетворяющие предварительно установленным критериям приемлемости.

Стандартная операционная процедура прошла валидацию и может быть использована для выполнения измерений содержания этилового спирта в жидкой парфюмерно-косметической продукции.





Спасибо за внимание

*www.rspch.by
www.certificate.by*