

<https://doi.org/10.30895/1991-2919-2024-14-5-580-589-table5>

Таблица 5. Результаты валидационных исследований аналитической методики количественного определения конваллятоксина в субстанции-жидкости «Ландыша настойка»

Table 5. Validation results for the analytical procedure for the quantitative determination of convallatoxin in the liquid active substance Lily-of-the-Valley Tincture

Характеристика <i>Parameter</i>	Требования <i>Requirements</i>	Результат <i>Result</i>		
Специфичность <i>Specificity</i>	Методика позволяет определить конкретное вещество <i>The procedure quantifies the analyte</i>	Время удерживания основного вещества испытуемого раствора соответствует времени удерживания конваллятоксина на хроматограмме раствора СО. На УФ-спектре испытуемого раствора присутствует максимум поглощения (218 нм), совпадающий с максимумом поглощения УФ-спектра СО конваллятоксина (±2 нм) <i>The retention time of the main peak in the chromatogram of the test solution corresponds to that of convallatoxin in the chromatogram of the convallatoxin RS solution. In the UV spectra, the characteristic absorption maximum of the test solution (218 nm) matches that of the convallatoxin RS solution (±2 nm)</i> Разрешение (Rs) между пиком конваллятоксина и ближайшим пиком на хроматограмме испытуемого раствора составило 4,40 <i>The resolution (Rs) of the convallatoxin peak from the neighbouring peak in the chromatogram of the test solution is 4.40</i>		
Линейность <i>Linearity</i>	Значения аналитических сигналов 5 проб СО с различным содержанием конваллятоксина обработаны методом наименьших квадратов с использованием линейной модели: $y=bx+a$ <i>Analytical signals of 5 RS samples containing different amounts of convallatoxin are processed using the least squares method and the linear model:</i> $y=bx+a$ Коэффициент корреляции <i>Correlation coefficient:</i> $ r^2 \geq 0,99$	Концентрация конваллятоксина, мг/мл <i>Concentration of convallatoxin, mg/mL</i>	Площадь пика, у.е. <i>Peak area, a.u.</i>	
		0,01527	385,999	
		0,01714	430,588	
		0,01905	473,696	
		0,02095	520,33	
		0,02284	576,818	
		Уравнение прямой <i>Linear equation</i> $y=23173x+31,803$ Коэффициент корреляции <i>Correlation coefficient</i> $ r^2 =0,99985$		
Аналитическая область <i>Range</i>	Методика применима в интервале 80–120% от номинального значения <i>The analytical procedure is applicable in the range of 80–120% of the nominal value</i>	Соответствует на основании результатов оценки линейности <i>The linearity data confirm that the analytical procedure conforms to the requirement</i>		
Правильность <i>Trueness</i>	Свободный член линейного уравнения меньше своего доверительного интервала <i>The y-intercept value of the linear equation is less than its confidence interval</i> $\Delta a = t(0,05, n - 2) \times s_a$ $a \leq \Delta a$	На основании результатов оценки линейности: <i>Based on the linearity data:</i> $ a = 31,803 $ $s_a=15,08$ $t(0,05, n-2)=3,18$ $\Delta a=3,18 \times 15,08=47,95$ $a < \Delta a$		
		Величина отношения найденного количества конваллятоксина к количеству конваллятоксина в испытуемом образце с добавками не выходит за пределы допустимого диапазона (98–102%) <i>The percent recovery of convallatoxin is within the acceptable range (98–102%)</i>	Количество конваллятоксина в испытуемом образце с добавками, мг/мл <i>Spiked amount of convallatoxin, mg/mL</i>	Найдено, мг/мл <i>Measured amount of convallatoxin, mg/mL</i>
	0,01556		0,01542	98,5%
			0,01531	
			0,01527	
	0,01724		0,01700	99,1%
			0,01715	
			0,01709	
	0,01947		0,01955	99,9%
			0,01936	
			0,01942	
	0,02083		0,02091	99,1%
			0,02067	
			0,02033	
	0,02276		0,02247	99,6%
			0,02291	
		0,02260		
Прецизионность <i>Precision</i> Повторяемость <i>Repeatability</i>	<i>RSD</i> результатов 6 определений количественного содержания конваллятоксина $\leq 3,0\%$ <i>The RSD for 6 determinations of convallatoxin is $\leq 3.0\%$</i>	Результаты 6 определений количественного содержания конваллятоксина <i>Results of 6 convallatoxin content determinations</i>		
		№ пробы <i>Sample No.</i>	Значение, мг/мл <i>Results, mg/mL</i>	
		1	0,01826	
		2	0,01824	
		3	0,01899	
		4	0,01855	
		5	0,01835	
		6	0,01874	
		Среднее значение <i>Mean</i>	0,01852	
		<i>RSD</i> =1,61%		
Внутрилабораторная прецизионность <i>Intermediate precision</i>	Полученное значение критерия Фишера, вычисленное по результатам проведения испытаний разными исполнителями на разном оборудовании, должно быть меньше табличного значения <i>The F-test value calculated from the results obtained by different operators with different equipment is less than the reference value</i> $F_{\text{pract}}=s_1^2/s_2^2 \leq F_{\text{theor}}$	№ пробы <i>Sample No.</i>	Исполнитель 1, Оборудование 1 <i>Operator 1, Instrument 1</i>	Исполнитель 2, Оборудование 2 <i>Operator 2, Instrument 2</i>
		1	0,01833	0,01825
		2	0,01865	0,01829
		3	0,01860	0,01854
		s	0,00017	0,00016
		s ²	0,0000000289	0,0000000256
		$F_{\text{pract}}=0,0000000289/0,0000000256=1,13$ $F_{\text{theor}}(0,05; 2; 2)=19,00$ $F_{\text{pract}} < F_{\text{theor}}$		

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table is prepared by the authors using their own data

Примечание. СО – стандартный образец; УФ – ультрафиолетовый; $t(0,95; n-2)$ – коэффициент Стьюдента, где 0,95 – вероятность, $n-2$ – число степеней свободы; $F_{\text{pract}} / F_{\text{theor}}(0,05; 2; 2)$ – полученный и табличный критерии Фишера соответственно, где 0,05 – уровень значимости, 2 и 2 – число степеней свободы; s – стандартное отклонение; s_1, s_2 – большее и меньшее стандартные отклонения полученных результатов соответственно; s_a – стандартное отклонение свободного члена, *RSD* – относительное стандартное отклонение.

Note. RS, reference standard; UV, ultraviolet; $t(0.95, n-2)$, Student's t-test (0.95 is the probability, and $n-2$ is the number of degrees of freedom); F_{pract} and $F_{\text{theor}}(0,05; 2; 2)$, calculated and critical Fisher's test values, respectively (0.05 is the level of significance, and 2;2 are the number of degrees of freedom); s , standard deviation; s_1 and s_2 , standard deviation of the test results (the highest and the lowest, respectively); s_a , standard deviehan of the y-intercept; *RSD*, relative standard deviation.