ППТ 18
ТЕСТОВЕ ЗАВДАННЯ № 2

КВАЛІФІКАЦІЯ АНАЛІТИКА ПРИ РОБОТІ МЕТОДОМ АБСОРБЦІЙНОЇ СПЕКТРОФОТОМЕТРІЇ В УФ-ВИД ДІАПАЗОНІ

Мета тесту − оцінка виконання аналітиком стандартних аналітичних операцій при виконанні кількісного визначення з використанням типової методики методом абсорбційної спектрофотометрії в УФ-ВИД діапазоні (ДФУ, 2.2.25). Запропонований тест є інтегральним та оцінює коректність функціонування компонентів аналітичної системи в цілому, саме *кваліфікація аналітика* перевіряється за умови коректного функціонування інших компонентів системи: мірний посуд, ваги, спектрофотометр мають відповідати вимогам ДФУ.

Організатори ППТ пропонують учасникам (аналітичним лабораторіям) залучити до тестування декількох аналітиків, на розсуд лабораторії, і надати результати для кожного аналітика окремо. Таким чином лабораторія матиме можливість оцінити кваліфікацію аналітиків, які виконують рутинні випробування. Тестові зразки надаються у кількості, достатньої для тестування 5 аналітиків.

Тестування проводять за такою процедурою:

Один аналітик готує два незалежні *випробовувані розчини*.

Випробовуваний розчин. Близько 0.060 г (точна наважка) тестового зразка парацетамолу розчиняють у 10 мл *0.1 М розчину натрію гідроксиду* та доводять *водою Р* до об'єму 100.0 мл. До 2.0 мл одержаного розчину додають 10 мл *0.1 М розчину натрію гідроксиду* та доводять *водою Р* до об'єму 100.0 мл.

Вимірюють оптичну густину (*2.2.25*) кожного з розчинів за довжини хвилі 257 нм, використовуючи як компенсаційну рідину *0.01 М розчин натрію гідроксиду*. Для кожного розчину проводять по три вимірювання із вийманням та заповненням кювети наново.

Для кожного з розчинів розраховують нормалізовані значення аналітичного сигналу R_i:

$$R_i = \frac{A_i}{C_i},$$

де A_i – середнє значення оптичної густини і-го розчину;

C_i – концентрація і-го розчину, у мг/мл.

Потім розраховують співвідношення, що оцінює різницю між результатами, одержаними для двох розчинів:

$$2 \times \frac{|R_1 - R_2|}{R_1 + R_2} \times 100\%.$$

Коректність виконання аналітиком стандартних аналітичних операцій у відповідності з вимогами Нормальної Аналітичної Практики (НАП) буде оцінена організатором ППТ за вимогою статистичної незначущості відмінності результатів, отриманих для двох незалежних випробовуваних розчинів (див. ДФУ ст. 5.3.N.1. Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту, розд. 5.4; ст. 5.3.N.2. Валідація аналітичних методик і випробувань, розд. 4.5).

ППТ 18
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОНАННЯ ТЕСТОВОГО ЗАВДАННЯ № 2

Кваліфікація аналітика при роботі методом абсорбційної спектрофотометрії в УФ-ВИД діапазоні

Назва лабораторії	
Керівник лабораторії	
Аналітик	
Дата отримання тестового зразка	
Дата проведення тестування	

Обладнання, що використовувалось:

Ваги			
Модель та виробник ваг			
Параметри ваг за паспортом	Роздільна здатність, мг	Збіжність, мг	Лінійність, мг
Дата метрологічної повірки			
Чи проводилась кваліфікація ваг?	□ Так _____ (дата)		□ Ні
Якщо «Так»: параметри кваліфікації та критерії прийнятності	Параметр	Критерії прийнятності	Значення
	…	…	…
Мірний посуд			
Якому стандарту відповідають мірні колби, що використовувались			
Мірні колби якого класу використовувались?	□ Клас А		□ Клас В
Чи проводилась кваліфікація мірних колб?	□ Так _____ (дата) _____ (дата)		□ Ні
Якому стандарту відповідають піпетки(а), що використовувались			
Піпетки(а) якого класу використовувались?	□ Клас А		□ Клас В
Чи проводилась кваліфікація піпетки(ок)?	□ Так _____ (дата) _____ (дата)		□ Ні
Спектрофотометр			
Тип і марка спектрофотометра			
Дата метрологічної повірки			
Чи проводилась кваліфікація спектрофотометра?	□ Так		□ Ні
Чи проводилась перевірка шкали довжин хвиль?	□ Так		□ Ні
Чи проводилась перевірка шкали оптичної густини?	□ Так		□ Ні
Чи проводилась перевірка фотометричної лінійності?	□ Так		□ Ні
Чи перевірявся граничний рівень розсіяного світла?	□ Так		□ Ні
Чи проводилась перевірка кювет?	□ Так		□ Ні
Чи проводилась перевірка збіжності оптичної густини?	□ Так _____ (дата)		□ Ні
Якщо «Так»:	Кількість вимірювань	Критерій прийнятності	Значення

Результати вимірювань:

№ р-ну	Наважка парацетамолу, m_i, г	Концентрація парацетамолу, C_i, г/л	Оптична густина, A_{i_j}	Середня оптична густина, $\overline{A_i}$	R_i	$2 \times \frac{\lvert R_1 - R_2 \rvert}{R_1 + R_2} \times 100\%$
1						
2						

Керівник лабораторії _____/_____
(підпис)