

## VII. ДОДАТКИ ДО ТЕКСТІВ

### 2.2.25. АБСОРБЦІЙНА СПЕКТРОФОТОМЕТРІЯ В УЛЬТРАФІОЛЕТОВОМУ Й ВИДИМОМУ ДІАПАЗОНІ

N

#### ПЕРЕВІРКА ЗБІЖНОСТІ ОПТИЧНОЇ ГУСТИНИ

Збіжність оптичної густини під час контролю функціонування спектрофотометра (кваліфікації) може бути перевірена за такою схемою.

##### Кваліфікація спектрофотометра

Використовується доказовий підхід (див. розділ 2.3.2 загальної статті 5.3.N.1 «Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту»).

У вимірювальну кювету наливають випробовуваний розчин і визначають його оптичну густину проти компенсаційного розчину. Потім кювету виймають, видаляють її вміст, знову наливають випробовуваний розчин і знову визначають оптичну густину. Операцію повторюють, одержуючи від 10 до 30 значень оптичної густини для випробовуваного розчину. Слід стежити, щоб розчини, що вимірюються, не потрапляли на зовнішню стінку кювети.

Відносне стандартне відхилення оптичної густини з рандомізацією положення кювет ( $\%RSD^{EQ}$ ) не має перевищувати значення, наведеного в Табл. 2.2.25.-3.

Таблиця 2.2.25-3

Максимальні значення відносного стандартного відхилення збіжності оптичної густини ( $\%RSD_{\max}^{EQ}$ ) залежно від кількості вимірювань під час кваліфікації спектрофотометра

n	10	15	20	25	30
$\%RSD_{\max}^{EQ}$	0.19	0.22	0.23	0.24	0.25

Величини  $\%RSD_{\max}^{EQ}$  розраховані на підставі статистики Фішера для рівня надійності 95 %. Вони мають бути значуще менше генерального відносного стандартного відхилення  $\sigma_{A,r} = 0.32$  %. Ключовим є значення  $\%RSD_{\max}^{EQ} = 0.25$  % для  $n = 30$  вимірювань (як максимально допустиме в експерименті). Зменшення кількості вимірювань призводить до посилення вимог до  $\%RSD_{\max}$  (доказовий підхід). Виконання менше 10 вимірювань під час кваліфікації спектрофотометра дає недостатньо надійну оцінку  $\%RSD^{EQ}$ .

*Поточний контроль збіжності оптичної густини в рутинному аналізі*

Використовують підтверджувальний підхід (див. розділ 2.3.3 загальної статті 5.3.N.1 «Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту»).

Водночас проводять  $n = 3-5$  вимірювань оптичної густини за схемою, наведеною вище. Відносне стандартне відхилення оптичної густини ( $\%RSD^{An}$ ) не має значуще (95 % надійність) перевищувати за критерієм Фішера значення  $\%RSD_{\max}^{EQ} = 0.25$  % для  $n = 30$ , тобто не перевищувати значень, наведених у Табл. 2.2.25-4 ( $\%RSD_{\max}^{An}$ ). Якщо ці вимоги не витримуються, слід заново провести кваліфікацію спектрофотометра за схемою, наведеною вище.

Таблиця 2.2.25-4

Максимальні значення відносного стандартного відхилення збіжності оптичної густини ( $\%RSD_{\max}^{An}$ ) залежно від кількості вимірювань у рутинному аналізі

n	3	4	5
$\%RSD_{\max}^{An}$	0.47	0.43	0.41