

ПІТ 19 ТЕСТОВЕ ЗАВДАННЯ № 2

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АНАЛІТУ У РОЗЧИНІ МЕТОДОМ РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Мета тесту – інтегральна оцінка коректності проведення кількісних випробувань методом рідинної хроматографії (ДФУ, 2.2.29). Учаснику раунду надаються два тестові розчини (ТР) метронідазолу, які імітують готовий лікарський засіб з номінальною концентрацією 0.3 мг/мл, та методика кількісного визначення. Оцінюється висновок лабораторії щодо відповідності вмісту метронідазолу у тестовому розчині вимогам специфікації ($\pm 5\%$ від номінального значення).

Вміст метронідазолу у тестових розчинах є таким, що за умови роботи лабораторії у відповідності з вимогами ДФУ (вимоги нормальної аналітичної практики до невизначеності пробопідготовки та вимоги до придатності хроматографічної системи) лабораторія із вірогідністю 99 % має зробити коректний висновок щодо відповідності вмісту аналіту вимогам специфікації.

Комплект поставки зразків: Тестовий розчин 1 (20 мл), Тестовий розчин 2 (20 мл), ФСЗ ДФУ Метронідазол (0.15 г), ФСЗ ДФУ Метронідазолу домішка А (0.005 г).

Умови зберігання: Тестовий розчин 1 та Тестовий розчин 2 зберігають за температури від 2 °С до 8 °С. ФСЗ ДФУ зберігають як зазначено у сертифікаті.

З метою забезпечення можливості провести попередні випробування щодо придатності хроматографічної системи ФСЗ ДФУ Метронідазол надається у кількості, достатній для приготування двох розчинів порівняння (а).

Тестові зразки для завдання «Кількісне визначення аналіту у розчині методом рідинної хроматографії» надаються у кількості для проведення одного випробування. Додаткові зразки для тестування більше ніж одного аналітика лабораторія може придбати за додаткову оплату.

Методика кількісного визначення метронідазолу.

Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин. 10.0 мл Тестового розчину Метронідазолу поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, додають 20 мл метанолу Р, доводять об'єм водою Р до позначки. Термін придатності розчину 24 год.

Розчин порівняння (а). 75.0 мг ФСЗ ДФУ Метронідазол поміщають у мірну колбу місткістю 250 мл, розчиняють у 80 мл води Р, доводять об'єм тим самим розчинником до позначки. Термін придатності розчину 48 год.

Розчин порівняння (б). 10.0 мл розчину порівняння (а) поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, додають 20 мл метанолу Р, доводять об'єм водою Р до позначки. Термін придатності розчину 24 год.

Розчин порівняння (с). 5.0 мг ФСЗ ДФУ Метронідазолу домішка А поміщають у мірну колбу місткістю 50 мл, розчиняють у рухомій фазі та доводять об'єм тим самим розчинником до позначки. Термін придатності розчину 62 год.

2.0 мл одержаного розчину поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, додають 0.35 мл розчину порівняння (а), доводять об'єм рухомою фазою до позначки. Термін придатності розчину 24 год.

Колонка:

- розмір: 0.15 м × 4.6 мм;
- нерухома фаза: силікагель для хроматографії октилсилільний Р (5 мкм);
- температура: 30 °С.

Рухома фаза: метанол Р : вода Р (20 : 80);

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 319 нм.

Інжекція: 30 мкл.

Розчини, що хроматографують: розчин порівняння (b), розчин порівняння (c), випробований розчин.

Придатність хроматографічної системи:

розчин порівняння (c):

— *ступінь розділення:* не менше 4.0 між піками метронідазолу та метронідазолу домішки А;

розчин порівняння (b):

— *коефіцієнт симетрії:* не більше 2.0;

— *збіжність:* відповідно до вимог 2.2.46^N.

Нормування:

— вміст $C_6H_9N_3O_3$ у тестовому розчині не менше 0.285 мг/мл і не більше 0.315 мг/мл.

Розраховують вміст $C_6H_9N_3O_3$ в тестовому розчині 1 і тестовому розчині 2, у мг/мл, виходячи із заявленого вмісту $C_6H_9N_3O_3$ у *ФСЗ ДФУ метронідазол*. Оцінюють відповідність вмісту метронідазолу у тестовому розчині вимогам специфікації.

Результати випробувань заносять у бланк протоколу.

ПТТ 19
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОНАННЯ ТЕСТОВОГО ЗАВДАННЯ № 2

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АНАЛІТУ У РОЗЧИНІ МЕТОДОМ РХ

Назва лабораторії	
Керівник лабораторії	
Аналітик	
Дата отримання тестових розчинів (ТР)	
Дата проведення аналізу	

Обладнання, що використовувалось:

Ваги			
Модель та виробник ваг			
Параметри ваг за паспортом	Роздільна здатність, мг	Збіжність, мг	Лінійність, мг
Дата метрологічної перевірки			
Чи проводилась кваліфікація ваг? <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
Якщо «Так»: параметри кваліфікації та критерії прийнятності	Параметр	Критерії прийнятності	Значення

Мірний посуд			
Якому стандарту відповідають мірні колби, що використовувались <i>(зазначте номер стандарту)</i>			
Мірні колби якого класу використовувались? <input type="checkbox"/> Клас А <input type="checkbox"/> Клас В			
Чи проводилась верифікація мірних колб? <input type="checkbox"/> Так <input type="checkbox"/> Ні			
Якщо «Так», зазначте процедури, що проведені:			
– візуальна інспекція <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
– аналітична оцінка (калібрування) <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
Якому стандарту відповідають(є) піпетки(а), що використовувались для приготування випробовуваних розчинів ТР1, ТР2 <i>(зазначте номер стандарту)</i>			
Піпетки(а) якого класу використовувались? <input type="checkbox"/> Клас А <input type="checkbox"/> Клас В			
Чи проводилась верифікація піпетки(ок)? <input type="checkbox"/> Так <input type="checkbox"/> Ні			
Якщо «Так», зазначте процедури, що проведені:			
– візуальна інспекція <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
– аналітична оцінка (калібрування) <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
Хроматограф			
Тип і марка хроматографа			
Дата метрологічної перевірки			
Чи проводилась кваліфікація хроматографічної системи <input type="checkbox"/> Так (дата) <input type="checkbox"/> Ні			
Якщо «Так»: 1) Параметри кваліфікації та критерії прийнятності	Параметр	Значення	Критерії прийнятності

2) На основі якого документу складалась програма кваліфікації?			
Назва колонки, тип сорбенту, геометричні параметри, розмір часток тощо			

Результати випробувань:

Приготування розчинів	
Розчин порівняння (а) Наважка <i>ФСЗДФУ Метронідазол</i> , мг	
Розчин порівняння (с) Наважка <i>ФСЗДФУ Метронідазолу домішка А</i> , мг	

Послідовність одержання хроматограм (дизайн експерименту)	
Загальна кількість хроматограм, шт.	
Розчин порівняння (с), номери хроматограм	N ...
Розчин порівняння (b), номери хроматограм	N ...
Випробовуваний розчин (ТР1), номери хроматограм	N ...
Випробовуваний розчин (ТР2), номери хроматограм	N ...

Перевірка придатності хроматографічної системи		
Ступінь розділення*	Коефіцієнт симетрії*	Відносне стандартне відхилення (RSD), %

* У разі одержання декількох значень параметру, у таблиці наводять найгірше значення.

Результати хроматографування випробовуваного розчину (ТР1)		
Час утримування основного піка, хв	Площа піка	Середнє значення площі піка
...	...	

Результати хроматографування випробовуваного розчину (ТР2)		
Час утримування основного піка, хв	Площа піка	Середнє значення площі піка
...	...	

Результати хроматографування розчину порівняння (b)		
Час утримування основного піка, хв	Площа піка	Середнє значення площі піка
...	...	

Результати розрахунків, висновки		
Тестовий розчин	Вміст $C_6H_9N_3O_3$, мг/мл	Відповідність вимогам специфікації
ТР1		<input type="checkbox"/> відповідає <input type="checkbox"/> не відповідає
ТР2		<input type="checkbox"/> відповідає <input type="checkbox"/> не відповідає

Керівник лабораторії _____ / _____
(підпис)