

ІПТ 20

ТЕСТОВЕ ЗАВДАННЯ № 1

ВТРАТА В МАСІ ПІД ЧАС ВИСУШУВАННЯ

Мета тестування – оцінка ефективності функціонування лабораторії при проведенні випробування «Втрата в масі під час висушування» (далі «ВМВ») (2.2.32, ДФУ), оцінка ефективності функціонування лабораторії під час роботи з гігроскопічними зразками; надання учасникам необхідної інформації для виявлення проблем та удосконалення їх роботи при проведенні випробування «ВМВ».

Тестування лабораторії проводиться на тестових зразках (ТЗ), які мають різні рівні вимірюваної речовини та різний ступінь гігроскопічності.

Тестовий зразок	Вимоги специфікації	Гігроскопічність (ДФУ, 5.11)
Натрію аміносаліцилат дигідрат	Від 16.0 % до 17.5 %	Мало гігроскопічний
Хондроїтин сульфат натрію	Не більше 12.0 %	Гігроскопічний

Натрію аміносаліцилат дигідрат виявляє гігроскопічність, вплив якої на результати випробування є незначущим. Хондроїтин сульфат натрію є гігроскопічною речовиною, висушений зразок поглинає вологу у кількостях, що можуть значуще вплинути на невизначеність одержаних результатів та на висновок лабораторії про якість зразка. Таким чином, тестування лабораторії включає два рівня, які можна означити як стандартний та ускладнений.

Критерії оцінки ефективності функціонування лабораторії встановлені виходячи з вимог до максимально припустимої невизначеності кількісних випробувань $max\Delta_{As}$ (цільова невизначеність), що рекомендовані Державною фармакопеею України.

Одержані результати учасників тестування будуть оцінюватися за такими критеріями:

- 1) Відхилення результату визначення ВМВ у ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат від приписаного значення не має перевищувати 0.24 % (абс¹).
- 2) Відхилення результату визначення ВМВ у ТЗ Хондроїтин сульфат натрію від приписаного значення не має перевищувати 0.77 % (абс¹).

За результатами тестування заплановані критерії оцінки можуть бути змінені в бік послаблення вимог.

Комплект поставки зразків:

ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат (3.3 г),
ТЗ Хондроїтин сульфат натрію (3.3 г).

Умови зберігання:

ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат та
ТЗ Хондроїтин сульфат натрію зберігають за
температури від +2 °С до +8 °С.

Тестове завдання передбачає проведення трьох паралельних дослідів для кожного зі зразків. Додатковий комплект зразків (наприклад, для тестування більше ніж одного аналітика) лабораторія може придбати за додаткову оплату.

¹ Абсолютна різниця значень.

Методика тестування за завданням «Втрата в масі під час висушування»

Тестовий зразок Натрію аміносаліцилат дигідрат.

Визначення проводять відповідно статті 2.2.32, ДФУ.

1.000 г зразка сушать за температури 105 °С до постійної маси.

Проводять три паралельні досліди.

Межі: від 16.0 % до 17.5 %.

Тестовий зразок Хондроїтин сульфат натрію

Визначення проводять відповідно статті 2.2.32, ДФУ.

1.000 г зразка сушать за температури 105 °С протягом 4 годин.

Проводять три паралельні досліди.

Гігроскопічність зразка (ДФУ, 5.11): гігроскопічний.

Після висушування Хондроїтин сульфат натрію надзвичайно гігроскопічний. Уникайте впливу атмосфери та зважуйте швидко.

Межі: Не більше 12.0 %.

Результати тестування заносять в бланк протоколу (Форма ТЗ1/ПІТ20).

Заповнений протокол в електронному вигляді (pdf-файл) та, якщо ваги оснащені принтером, первинні дані на бланку вагів (pdf-файл) надсилають організаторам за адресою: chikalova@phukr.kharkov.ua. Оригінал протоколу зберігають в лабораторії.

ППТ 20
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОНАННЯ ТЕСТОВОГО ЗАВДАННЯ № 1

ВТРАТА В МАСІ ПІД ЧАС ВИСУШУВАННЯ

Назва лабораторії	
Керівник лабораторії	
Аналітик	
Дата отримання тестових зразків	

Обладнання, що використовувалось:

Ваги			
Модель та виробник ваг			
Параметри ваг за паспортом	Роздільна здатність, мг	Збіжність, мг	Лінійність, мг
Дата метрологічної повірки			
Чи встановлені в лабораторії процедури кваліфікації ваг?	☐ Так ☐ Ні		
Сушильна шафа			
Модель та виробник шафи			
Чи встановлені в лабораторії процедури кваліфікації шафи?	☐ Так ☐ Ні		
Якщо «Так», чи використовує лабораторія для кваліфікації шафи стандартні зразки?	☐ Так ☐ Ні		
Якщо «Так», надайте назву зразку(ів)			

Прийнята в лабораторії аналітична практика

Скільки паралельних дослідів ВМВ виконують під час рутинних випробувань?	
Де знаходиться кришка бюкса під час висушування?	☐ У сушильній шафі ☐ Поза межами шафи

Результати випробувань тестового зразка Натрію аміносаліцилат дигідрат

Дата проведення аналізу	
-------------------------	--

Реєстрація умов висушування:

Стадія висушування	Початок висушування		Закінчення висушування	
	Час, год:хв	Темп-ра, °C	Час, год:хв	Темп-ра, °C
Висушування бюксів				
Стадія №1 висушування зразка				
Стадія №2 висушування зразка				
Стадія №n висушування зразка				

Бюкс №1 (Натрію аміносаліцилат дигідрат)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

<i>Стадія висушування</i>	Маса (бюкс + наважка) після висушування, г
Стадія №1 висушування зразка	
Стадія №2 висушування зразка	
Стадія №n висушування зразка	...

Бюкс №2 (Натрію аміносаліцилат дигідрат)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

<i>Стадія висушування</i>	Маса (бюкс + наважка) після висушування, г
Стадія №1 висушування зразка	
Стадія №2 висушування зразка	
Стадія №n висушування зразка	...

Бюкс №3 (Натрію аміносаліцилат дигідрат)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

<i>Стадія висушування</i>	Маса (бюкс + наважка) після висушування, г
Стадія №1 висушування зразка	
Стадія №2 висушування зразка	
Стадія №n висушування зразка	...

Результати розрахунків, висновок (Натрію аміносаліцилат дигідрат)

Бюкс, №	Результат ВМВ, X_{LOD_i} , %	Середнє, X_{LOD} , %	Відповідність вимогам специфікації
1			☐ відповідає ☐ не відповідає
2			
3			

Результати випробувань тестового зразка Хондроїтин сульфат натрію

Дата проведення аналізу	
-------------------------	--

Реєстрація умов висушування:

Стадія висушування	Початок висушування		Закінчення висушування	
	Час, год:хв	Темп-ра, °C	Час, год:хв	Темп-ра, °C
Висушування бюксів				
Висушування зразка				

Відносна вологість в лабораторії, %:	
--------------------------------------	--

Бюкс №1 (Хондроїтин сульфат натрію)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Маса (бюкс + наважка) після висушування, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

Бюкс №2 (Хондроїтин сульфат натрію)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Маса (бюкс + наважка) після висушування, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

Бюкс №3 (Хондроїтин сульфат натрію)

Маса бюкса порожнього, г	
Наважка зразка, г	
Маса (бюкс + наважка) після висушування, г	
Параметри бюкса (діаметр / висота), мм	
Приблизна висота шару зразка в бюксі, мм	

Результати розрахунків, висновок (Хондроїтин сульфат натрію)

Бюкс, №	Результат ВМВ, X_{LOD_i} , %	Середнє, X_{LOD} , %	Відповідність вимогам специфікації
1			☐ відповідає ☐ не відповідає
2			
3			

Керівник лабораторії

_____ / _____ (підпис)