

ППТ 20
ТЕСТОВЕ ЗАВДАННЯ № 2

ВИЗНАЧЕННЯ ВОДИ НАПІВМІКРОМЕТОДОМ

Мета тестування – оцінка ефективності функціонування лабораторії при проведенні випробування «Визначення води напівмікрометодом» (далі «Вода») (2.5.12, 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 «Вода».

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

Тестовий зразок	Приблизний вміст води / вимоги специфікації	Гігроскопічність (ДФУ, 5.11)
Натрію аміносаліцилат дигідрат	Близько 17 %	Мало гігроскопічний
Гліцерин	Не більше 2.0 %	Дуже гігроскопічний

Натрію аміносаліцилат дигідрат виявляє гігроскопічність, вплив якої на результати випробування є незначущім. Гліцерин 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 вмісту води у ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат від приписаного значення не має перевищувати 0.29 % (абс¹).
- 2) Відхилення вмісту води у ТЗ Гліцерин від приписаного значення не має перевищувати 0.16 % (абс¹).

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

Комплект поставки зразків: ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат (0.55 г),
ТЗ Гліцерин (7.0 г).

Умови зберігання: ТЗ Натрію аміносаліцилат дигідрат та ТЗ Гліцерин зберігають за температури від +2 °С до +8 °С.

Тестове завдання передбачає проведення трьох паралельних дослідів для кожного зі зразків. З метою забезпечення можливості верифікації точності визначення для обраної комбінації випробовуваної субстанції, титранту та розчинника кількість зразка в одиниці упаковки достатня для взяття п'яти наважок (за методикою тестування).

Додатковий комплект зразків (наприклад, для тестування більше ніж одного аналітика) лабораторія може придбати за додаткову оплату.

¹ Абсолютна різниця значень.

Методика тестування за завданням «Визначення води напівмікрометодом»

Тестовий зразок Натрію аміносаліцилат дигідрат

Визначення проводять відповідно статті 2.5.12, ДФУ.

Наважка зразка для визначення: 100 мг.

Проводять три паралельні дослід.

Одержані індивідуальні значення вмісту води (X_i) надають із точністю п'ять значущих цифр.

Середнє значення вмісту води (X) надають із точністю чотири значущі цифри.

Тестовий зразок Гліцерин

Визначення проводять відповідно статті 2.5.12, ДФУ.

Наважка зразка для визначення: 1.000 г.

Проводять три паралельні дослід.

Гігроскопічність зразка (ДФУ, 5.11): дуже гігроскопічний.

Межі: Не більше 2.0 %.

Одержані індивідуальні значення вмісту води (X_i) надають із точністю чотири значущі цифри.

Середнє значення вмісту води (X) надають із точністю три значущі цифри.

Результати тестування заносять в бланк протоколу (Форма ТЗ2/ППТ20).

Заповнений протокол в електронному вигляді (pdf-файл) та первинні дані на бланках приладу (pdf-файл) надсилають організаторам за адресою: chikalova@phukr.kharkov.ua.

Оригінал протоколу зберігають в лабораторії.

ППТ 20
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОНАННЯ ТЕСТОВОГО ЗАВДАННЯ № 2

ВИЗНАЧЕННЯ ВОДИ НАПІВМІКРОМЕТОДОМ (2.5.12, ДФУ)

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	
Титратор			
Модель та виробник титратора			
Чи проводилась метрологічна повірка титратора?	☐ Так	☐ Ні	
Якщо «Так», дата метрологічної повірки			
Чи встановлені в лабораторії процедури кваліфікації титратора (метод 2.5.12)?	☐ Так	☐ Ні	
Якщо «Так»: 1) На основі якого документу(ів) складалась програма кваліфікації?			
2) Чи використовує лабораторія для кваліфікації титратора (метод 2.5.12) стандартні зразки?	☐ Так	☐ Ні	
Якщо «Так», надайте назву зразку(ів)			
Реактиви			
Титрант			
Речовина для стандартизації титранту			
Розчинник			

Прийнята в лабораторії аналітична практика

Яка періодичність стандартизації титранту?	
Скільки паралельних дослідів виконують при стандартизації титранту?	
Скільки паралельних дослідів виконують при титруванні проби?	

Результати випробувань тестового зразка Натрію аміносаліцилат дигідрат

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

Чи проводили перевірку придатності титранту та розчинника для титрування випробовуваного зразка?	☐ Так	☐ Ні
Якщо «Так», чи використовували методику статті 2.5.12?	☐ Так	☐ Ні
Якщо «Так», надайте відповідні значення:	$ e_1 $, %	$ \dots $
	$ e_2 $, %	$ \dots $
	b	

Стандартизація титранту

Дата стандартизації титранту	
Номінальна наважка речовини для стандартизації титранту, г	
Кількість паралельних дослідів	
Значення титру, що одержані в кожному із паралельних дослідів, мг/мл	1)
	n)...

Результати розрахунків (Натрію аміносаліцилат дигідрат)

Дослід, №	Вміст води, X_i , %	Середнє, $\bar{X}$ %
1		
2		
3		

Результати випробувань тестового зразка Гліцерин

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

Чи проводили перевірку придатності титранту та розчинника для титрування випробовуваного зразка?	☐ Так	☐ Ні
Якщо «Так», чи використовували методику статті 2.5.12?	☐ Так	☐ Ні
Якщо «Так», надайте відповідні значення:	$ e_1 $, %	...
	$ e_2 $, %	...
	b	

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

Стандартизація титранту

Дата стандартизації титранту	
Номинальна наважка речовини для стандартизації титранту, г	
Кількість паралельних дослідів	
Значення титру, що одержані в кожному із паралельних дослідів, мг/мл	1)
	n)...

Результати розрахунків, висновок (Гліцерин)

Дослід, №	Вміст води, X_i , %	Середнє, $\bar{X}$ %	Відповідність вимогам специфікації
1			☐ відповідає
2			☐ не відповідає
3			

Керівник лабораторії

_____ / _____
(підпис)