

Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів»	
Інформаційно-методичні матеріали для виконання тестового завдання 21 раунду ППТ	
Тестове завдання «Потенціометричне визначення рН (2.2.3, ДФУ)»	Ст. 1 з 2

ППТ 21

Тестове завдання «Потенціометричне визначення рН (2.2.3, ДФУ)»

Цілі тестування – оцінка функціонування лабораторії при проведенні випробування «Потенціометричне визначення рН (2.2.3, ДФУ)» (далі «рН»); надання учасникам необхідної інформації для виявлення проблем та удосконалення їх роботи при проведенні випробування «рН».

Тестування учасників відбувається на зразках із трьома рівнями рН, що охоплюють два типи фармацевтичних матриць.

Тестовий зразок	Рівень рН	Об'єкт вимірювання
Аскорбінова кислота	Близько 2.4	Розчин зразка
Натрію ацетат тригідрат	Близько 8.3	Розчин зразка
Гель на основі карбомеру (гідрофільний гель, вміст води близько 80 %)	Близько 6.6	Пряме вимірювання зразка

Критерій оцінювання результатів учасників. Заплановано оцінювання функціонування лабораторії за z-критерієм* на основі стандартного відхилення результатів учасників поточного раунду.

Заплановано оцінювання прийнятності характеристик результатів учасників з урахуванням цільової невизначеності результатів потенціометричного вимірювання рН під час контролю якості лікарських засобів.

Комплект поставки зразків:

ТЗр Аскорбінова кислота (2.1 г);
ТЗр Натрію ацетат тригідрат (2.1 г);
ТЗр Гель на основі карбомеру (60 г).

Умови зберігання:

Тестові зразки Аскорбінова кислота, Натрію ацетат тригідрат, Гель на основі карбомеру зберігають за температури від +2 °С до +25 °С.

У разі відсутності в лабораторії електрода, придатного для визначення рН у гелевому середовищі, вимірювання ТЗр «Гель на основі карбомеру» не проводять, вартість участі в раунді при цьому не змінюється.

Додатковий комплект зразків (наприклад, для тестування різних приладів, електродів або різних аналітиків) лабораторія може придбати за додаткову оплату.

Лабораторія-учасниця виконує тестове завдання відповідно до наданої методики та заповнює Форму реєстрації та подання результатів (Форма ТЗ1/ППТ21, далі — Форма).

Заповнену Форму в електронному вигляді (pdf-файл) та, за наявності, первинні дані на бланку рН-метру (pdf-файл) надсилають організаторам за адресою: chikalova@phukr.kharkov.ua.

Оригінал заповненої Форми зберігають в лабораторії.

* Використовується термінологія ISO 17043.

Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів»	
Інформаційно-методичні матеріали для виконання тестового завдання 21 раунду ППТ	
Тестове завдання «Потенціометричне визначення рН (2.2.3, ДФУ)»	Ст. 2 з 2

Методика виконання тестового завдання

Тестовий зразок Аскорбінова кислота

Визначення проводять відповідно статті 2.2.3, ДФУ.

Випробовуваний розчин. 1.0 г зразка розчиняють у воді, вільній від вуглецю діоксиду, *P* та доводять до 20 мл тим самим розчинником.

Готують два випробовувані розчини та вимірюють рН кожного розчину.

Використовують режим роботи рН-метру із дискретністю як під час рутинних вимірювань. Під час заповнення Форми одержані значення рН надають без округлення.

Межі: від 2.1 до 2.6.

Тестовий зразок Натрію ацетат тригідрат

Визначення проводять відповідно статті 2.2.3, ДФУ.

Випробовуваний розчин. 1.0 г зразка розчиняють у воді, вільній від вуглецю діоксиду, *P* та доводять до 20 мл тим самим розчинником.

Готують два випробовувані розчини та вимірюють рН кожного розчину.

Використовують режим роботи рН-метру із дискретністю як під час рутинних вимірювань. Під час заповнення Форми одержані значення рН надають без округлення.

Межі: від 7.5 до 9.0.

Тестовий зразок Гель на основі карбомеру

Вимірювання рН проводять безпосередньо в гелі відповідно до статті 2.2.3, ДФУ.

Близько 20 г гелю видавлюють із туби у підходящу склянку, забезпечуючи необхідну глибину занурення електрода відповідно до його конструкції та рекомендацій виробника.

Із однієї туби виконують три незалежні вимірювання. Після кожного вимірювання електрод готують до наступного вимірювання відповідно до інструкцій виробника.

Використовують режим роботи рН-метру із дискретністю як під час рутинних вимірювань. Під час заповнення Форми одержані значення рН надають без округлення.

ППТ 21
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОНАННЯ ТЕСТОВОГО ЗАВДАННЯ
ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ pH

Назва лабораторії	
Керівник лабораторії	
Аналітик	
Дата отримання тестових зразків	

Обладнання, що використовувалось:

Ваги	
Модель та виробник ваг	
Дата метрологічної повірки	
Чи встановлені в лабораторії процедури кваліфікації ваг?	☐ Так ☐ Ні
pH-метр	
Модель та виробник pH-метру	
Точність визначення pH (за паспортом)	
Дата метрологічної повірки	
Наявність термокомпенсації	
Торгова назва електрода	
ТЗр Аскорбінова кислота	
ТЗр Натрію ацетат тригідрат	
ТЗр Гель на основі карбомеру (за наявності)	

Прийнята в лабораторії аналітична практика

Із якою дискретністю працює pH-метр під час рутинних випробувань?	
Скільки паралельних дослідів визначення pH виконують під час рутинних випробувань?	
Чи задокументовані в лабораторії процедури поводження з буферними розчинами?	☐ Так ☐ Ні

Результати випробувань тестового зразка Аскорбінова кислота

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

Умови калібрування рН-метру:

Дата калібрування			
Буферні розчини для калібрування рН-метру	☐ власного приготування за методикою ДФУ ☐ власного приготування із стандарт-титрів для рН-метрії гарантована виробником точність _____ ☐ промислового виробництва гарантована виробником точність _____		
Кількість буферних розчинів для калібрування			
рН буферних розчинів для калібрування	1	2	...
Температура буферних розчинів, °C			
Отримані параметри калібрування	нахил _____ зсув _____		
Чи проводили перевірку показів приладу за буферним розчином із проміжним значенням рН	☐ так номінальне значення рН буферного розчину _____ температура буферного розчину, °C _____ виміряне значення рН буферного розчину _____ ☐ ні		

Результати визначення рН:

	Випробовуваний розчин	
	1	2
Наважка зразка, г		
Час стабілізації (фіксації) показань	_____ хв _____ с	_____ хв _____ с
Температура випробовуваного розчину, °C		
рН випробовуваного розчину		
Середнє значення рН		
Відповідність вимогам специфікації	☐ відповідає ☐ не відповідає	

Результати випробувань тестового зразка Натрію ацетат тригідрат

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

Умови калібрування рН-метру:

Дата калібрування			
Буферні розчини для калібрування рН-метру	☐ власного приготування за методикою ДФУ ☐ власного приготування із стандарт-титрів для рН-метрії гарантована виробником точність _____ ☐ промислового виробництва гарантована виробником точність _____		
Кількість буферних розчинів для калібрування			
рН буферних розчинів для калібрування	1	2	...
Температура буферних розчинів, °C			
Отримані параметри калібрування	нахил _____ зсув _____		
Чи проводили перевірку показів приладу за буферним розчином із проміжним значенням рН	☐ так номінальне значення рН буферного розчину _____ температура буферного розчину, °C _____ виміряне значення рН буферного розчину _____ ☐ ні		

Результати визначення рН:

	Випробовуваний розчин	
	1	2
Наважка зразка, г		
Час стабілізації (фіксації) показань	_____ хв _____ с	_____ хв _____ с
Температура випробовуваного розчину, °C		
рН випробовуваного розчину		
Середнє значення рН		
Відповідність вимогам специфікації	☐ відповідає ☐ не відповідає	

Результати вимірювань тестового зразка Гель на основі карбомеру

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

Умови калібрування рН-метру:

Дата калібрування			
Буферні розчини для калібрування рН-метру	☐ власного приготування за методикою ДФУ ☐ власного приготування із стандарт-титрів для рН-метрії гарантована виробником точність _____ ☐ промислового виробництва гарантована виробником точність _____		
Кількість буферних розчинів для калібрування			
рН буферних розчинів для калібрування	1	2	...
Температура буферних розчинів, °С			
Отримані параметри калібрування	нахил _____ зсув _____		
Чи проводили перевірку показів приладу за буферним розчином із проміжним значенням рН	☐ так номінальне значення рН буферного розчину _____ температура буферного розчину, °С _____ виміряне значення рН буферного розчину _____ ☐ ні		

Результати визначення рН:

	Випробовувана порція зразка		
	1	2	3
Час стабілізації (фіксації) показань	____ хв ____ с	____ хв ____ с	____ хв ____ с
Температура зразка, °С			
рН зразка			
Середнє значення рН			

Керівник лабораторії

_____ / _____
 (підпис)