

*Валидация  
титриметрических  
методик анализа.*



# План

1. *Фармакопейные требования к валидации титриметрических методик анализа.*
2. *Неопределенность конечной аналитической операции титрования.*
3. *Титрованные растворы.*
4. *Предлагаемый подход к валидации титриметрических методик.*
5. *Пример.*

**Процедура валидации аналитических методик предусмотрена чтобы -**

аналитическая методика заняла

достойное место в системе

обеспечения качества,

соответствовала своему

назначению, то есть

гарантировала достоверные и

точные результаты анализа.

# При проведении валидации:

1. можно своевременно выявить в процессе разработки новых методик их недостатки и на ранних стадиях существенно улучшить методику.
2. появляется уверенность и в методике, и в качестве анализируемого препарата.
3. обязательно принимают практическое участие различные аналитические лаборатории.

# Валидация аналитической методики

это экспериментальное  
доказательство того, что  
методика пригодна для  
решения аналитических  
задач.

# *Фармакопейные требования к валидации титриметрических методик анализа*

- ▣ ПРАВИЛЬНОСТЬ
- ▣ СХОДИМОСТЬ
- ▣ СПЕЦИФИЧНОСТЬ
- ▣ ЛИНЕЙНОСТЬ
- ▣ ДИАПАЗОН МЕТОДИКИ

# *Допуски содержания*

Стандартные допуски содержания субстанций **99,0 -101,0 %**.

В ГФУ также встречаются указания для применения титриметрических методов для определения ГЛС. Допуски обычно составляют в этом случае от **95,0 до 105,0%**.

**Общие требования к  
неопределенности  
методик титрования**

$$X = T \cdot K_n \cdot \frac{V - V_0}{m} \cdot 100\%$$



*Подход к валидации  
титриметрических методик  
Постановка задачи*

Задача количественного  
титриметрического определения  
субстанций – не определить  
содержание основного вещества,  
а убедиться в том, что оно  
значимо не отличается от 100 %.

# Нормализованные координаты

При проверке линейности по оси ординат откладывают объем титрования ( $V_i$ ), а по оси абсцисс – навеску, взятую для титрования ( $m_i$ ).

Данной номинальной навеске  $m_T$  соответствует номинальный объем титрования в мл  $V_T$

## *Номинальный объем титрования*

$$V_T = \frac{m_T}{K_T \cdot m_{1mL}} \cdot \left(1 - \frac{LD}{100}\right)$$

# *Диапазон*

Целесообразно брать 9 точек

В соответствии с требованиями  
ГФУ, диапазон должен быть  
**(80-120) %** от номинального  
значения.

## *Критерии линейности*

В нормализованных координатах исследуется линейная зависимость

$$Y_i = a + b \cdot X_i$$

# ***Систематическая погрешность***

$$\delta \% \leq \frac{2}{3} \cdot \max \Delta_{As}$$

***Предел обнаружения (ПО) и  
предел количественного  
определения (ПКО)***

$$\text{ПО} = 3.3 \cdot s_a / b \approx 3.3 \cdot s_a$$

$$\text{ПКО} = 10 \cdot s_a / b \approx 10 \cdot s_a$$

# Литература

1. Основы аналитической химии в 2-х кн. Под ред. Золотова Ю.А. – Кн. 1. Москва, - 2002. – 348 с.

2. А.В. Гармаш, Н.М. Сорокина. Метрологические основы аналитической химии. – Москва, - 2012. – 47 с.



