

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ – ФИЛИАЛ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»**

СОГЛАСОВАНО

И.о. директора УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

2021 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА
ИЗМЕРЕНИЙ**

**Комплекс аналитический для установления содержания
компонентов в фармакологически активных и
вспомогательных веществах**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 70-241-2021

Екатеринбург

2021

ПРЕДИСЛОВИЕ

РАЗРАБОТАНА УНИИМ - филиалом ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

ИСПОЛНИТЕЛЬ зав.лабораторией 241 Медведевских М.Ю.

**СОГЛАСОВАНА и.о.директора УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева» в сентябре 2021 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений Комплекс аналитический для установления содержания компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах Методика поверки	МП 70-241-2021
---	-----------------------

Дата введения: сентябрь 2021 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на комплекс аналитический для установления содержания компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах (далее – комплекс) производства ФГУП «МЭЗ», г.Москва, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость комплекса к

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно государственной поверочной схемы, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19 февраля 2021 г. – при определении массовой доли основного вещества методом титриметрии;

- государственному первичному эталону массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2017 согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. – при проведении измерений содержания воды;

- государственному первичному эталону массы ГЭТ 3-2020 согласно государственной поверочной схемы, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г. – при измерении содержания сульфатной золы и потери массы;

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2014 согласно государственной поверочной схемы, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10 июня 2021 г.– при измерениях примесей и остаточных органических растворителей.

1.3 Поверка комплекса должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения предоставления содержащихся в нём документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19 февраля 2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10 июня 2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

3.2 Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик средства измерений	11	да	да

3.3 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, комплекс бракуется.

3.4 Проведение поверки комплекса на меньшем числе показателей и поддиапазонов измерений не предусмотрено.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха (при 25 °С), %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке комплекса допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с комплексом.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
стандартный образец состава глицина (СГ СО УНИИМ) ГСО 10272-2013	массовая доля основного вещества от 99,0 до 100,0 %, относительная погрешность $\pm 1,0$ %
стандартный образец состава аскорбиновой кислоты (АК СО УНИИМ) ГСО 11377-2019	массовая доля аскорбиновой кислоты от 95 до 100,00 %, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ %
гигрометр Rotronic HygroPalm (рег. номер в Федеральном информационном фонде 26379-04)	диапазоны измерений температуры не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые при поверке, должны иметь действующие паспорта. Средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки – стандартных образцов утвержденного типа, обеспечивающих требуемую точность.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида описанию типа;
- наличие ограничений доступа к частям, обеспечивающим первичную измерительную информацию и наличие защиты от несанкционированного вмешательства;
- отсутствие видимых повреждений составляющих комплекса;
- соответствие комплектности, указанной в Паспорте;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре комплекса выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка прекращается.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Комплекс подготовить к работе в соответствии с Паспортом.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

9.3 Опробование

Включить комплекс и запустить пробную процедуру измерения ГСО. Убедиться, что комплекс функционирует и результаты измерения выводятся в ПО комплекса.

9.4 Проверка сведений о поверке средств измерений, входящих в состав комплекса.

По каждому средству измерений, входящему в состав комплекса и приведенному в Описании типа и в Паспорте, провести проверку передачи сведений о поверке средств измерений в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга № 2906 от 28.08.2020 г.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО комплекса. Идентификационные данные отображаются при обращении к соответствующему пункту меню комплекса «Системная информация». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSample
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.25.2021
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества титриметрическим методом

Проверку допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества титриметрическим методом провести с использованием ГСО по таблице 2, для каждого ГСО провести не менее пяти измерений массовой доли основного вещества титриметрическим методом в соответствии с Паспортом на комплекс.

11.2 Проверка допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса («100 % минус сумма примесей»).

Проверку допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса провести с использованием ГСО по таблице 2, для каждого ГСО провести не менее пяти измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса в соответствии с Паспортом на комплекс.

11.3 Проверка диапазонов измерений

Проверку диапазонов измерений провести одновременно с проверкой абсолютной погрешности по 11.1-11.2. Полученные значения диапазонов измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитать относительную погрешность каждого результата измерений (δ_{ij}) массовой доли основного вещества, полученных титриметрическим методом и методом материального баланса по формуле

$$\delta_j = \frac{X_{ij} - A_j}{A_j} \cdot 100, \quad (1)$$

где X_{ij} – результат i -го измерения массовой доли основного вещества в j -ом ГСО, %;

A_j – аттестованное значение массовой доли основного вещества в j -ом ГСО, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества, полученных титриметрическим методом и методом материального баланса должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики комплекса

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли основного вещества титриметрическим методом, %	от 92 до 100
Диапазон измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса, %	от 95 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества титриметрическим методом, %	$\pm 1,5$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса, %	$\pm 2,5$

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020. При периодической поверке указывается объем проведенной поверки – полный или на меньшем числе показателей и поддиапазонов измерений. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020.

13.4 Сведения о проведенной поверке (с учетом объема проведенной поверки – полный или на меньшем числе показателей и поддиапазонов измерений) передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга № 2906 от 28.08.2020.

Разработчик:

Зав. лаб.241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю.Медведевских