

УТВЕРЖДЕНО
приказом Федерального агентства
по техническому регулированию
и метрологии
от «5» марта 2022 г. № 564

Регистрационный № 84849-22

Лист № 1
Всего листов 7

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Назначение средства измерений

Комплекс аналитический для установления содержания компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах (далее – комплекс) предназначен для определения массовой доли и массовой концентрации компонентов веществ титриметрическим методом или методом материального баланса («100 % минус сумма примесей»).

Описание средства измерений

Принцип действия комплекса при определении массовой доли основного вещества титриметрическим методом основан на непрерывном измерении сигнала, поступающего с первичного преобразователя (электрода), помещенного в анализируемый раствор при добавлении титранта до достижения точки эквивалентности или заданной конечной точки титрования.

Принцип действия комплекса при определении массовой доли основного вещества методом материального баланса «100 % минус сумма примесей» основан на расчете результата измерений с учетом примесей (сульфатной золы, потери массы при высушивании, воды, примесей, остаточных органических растворителей), определенных следующими методами:

- термогравиметрическим методом – сульфатная зола и потеря массы при высушивании;
- титрование методом Карла Фишера – вода;
- метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодноматричным детектором – примеси и родственные соединения.
- метод газовой хроматографии – остаточные органические растворители и примеси.

Результаты измерений, получаемые на комплексе, применяются для разработки стандартных образцов состава и свойств веществ (материалов), в том числе, для целей утверждения типа и последующем их выпуске.

На комплексе проводятся исследования, необходимые для признания стандартных образцов в качестве фармакопейных.

Конструктивно комплекс состоит из автономных блоков согласно таблицам 1,2, а также блока обработки и управления информацией – персонального компьютера со специально разработанным программным обеспечением.

Таблица 1 – Средства измерений комплекса

№	Наименование блока	Назначение	Номер записи в ФИФ по ОЕИ
1.	Весы электронные лабораторные неавтоматического действия Mettler Toledo, XPE205DR	Взятие навесок для методов ВЭЖХ, титриметрия, ВЭЖХ МС, ИК.	60903-15
2.	Весы неавтоматического действия OHAUS, Explorer EX124	Взятие навесок для методов ГХ, гравиметрии	68363-17
3.	Титратор автоматический Mettler-Toledo, T70	Количественное определение воды, массовой доли и массовой концентрации органических компонентов	33902-07
4.	Хроматограф жидкостной, Agilent, 1290 Infinity LC	Количественное определение примесей и родственных соединений	50674-12
5.	Детектор масс-селективный Agilent, 6400	Идентификация и установление стабильности веществ при ионизации пробы материала, последующем разделении и детектировании квадрупольными анализаторами масс	53195-13
6.	Хроматограф газовый Agilent, 7890B	Количественное определения остаточных органических растворителей и примесей	55612-13
7.	Фурье-спектрометр инфракрасный Agilent, Cary 660 FTIR	Идентификация и установление стабильности веществ по спектрам поглощения в инфракрасной области электромагнитного излучения	50981-12
8.	Спектрофотометр Agilent, Cary 100	Идентификация по измерению коэффициента пропускания в жидких пробах	57147-14

Таблица 2 – Испытательное оборудование в составе комплекса

№	Наименование блока	Назначение
1.	Муфельная печь Nabertherm GmbH, L 5/11	Термическое вскрытие пробы для гравиметрического анализа
2.	Сушильный шкаф Binder 53 RF	Термическое вскрытие пробы для гравиметрического анализа

Комплекс отвечает требованиям по прослеживаемости согласно:

– государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19 февраля 2021 г. – при проведении измерений массовой доли основного вещества методами титриметрии;

– государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. – при проведении измерений содержания воды;

– государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г. – при проведении измерения содержания сульфатной золы и потери массы;

– государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10 июня 2021 г. – при проведении измерений примесей и остаточных органических растворителей.

Маркировочная табличка с заводским номером и наименованием комплекса, расположена на боковой панели блока обработки и управления информацией. Заводской номер имеет цифровой и буквенный формат и наносится травлением.

К данному типу относится комплекс с заводским номером LS1252021.

Общий вид комплекса приведен на рисунке 1 (а – д).



а)



б)



в)



г)



д)

Рисунок 1 – Общий вид комплекса аналитического для установления содержания компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах

Пломбирование и нанесение знака поверки на комплекс не предусмотрено.

Программное обеспечение

Автономные блоки комплекса оснащены программным обеспечением, в соответствии с описанием типа каждого блока, согласно таблице 1, которое позволяет полностью автоматизировать выполнение анализа и осуществляет следующие функции: автоматическая настройка, установка и контроль режимных параметров, регистрация выходных сигналов, построение и хранение градуировочных характеристик, обработка данных и протоколирование результатов анализа.

При этом для комплекса в целом разработано специализированное программное обеспечение (ПО), которое производит расчет метрологических характеристик стандартных образцов, формирует сводные таблицы установленных значений метрологических характеристик, производит анализ трендов при контроле стабильности стандартных образцов, формирует библиотеку спектров. ПО комплекса устанавливается на персональный компьютер блока обработки и управления информацией.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО комплекса

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

Уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «высокий» по Р 50.2.077-2014.

Метрологические и технические характеристики

Таблица 4 – Метрологические характеристики

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, %	± 1,5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли основного вещества методом материального баланса, %	± 2,5

Таблица 5 – Основные технические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Условия эксплуатации: – температура окружающей среды, °С – относительная влажность воздуха (при 25 °С), не более, %	от +15 до +25 85
Параметры электрического питания: – напряжение переменного тока, В – частота переменного тока, Гц	от 220 до 240 50/60
Габаритные размеры, мм, не более – длина – высота – ширина	13700 2800 4700
Потребляемая мощность, В·А, не более	10000

Знак утверждения типа

наносят на титульный лист Паспорта методом компьютерной графики и на боковую панель панели блока обработки и управления информацией методом наклейки.

Комплектность средства измерений

Таблица 6 – Комплектность средства измерений

Наименование	Обозначение	Количество
Комплекс аналитический для установления содержания компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах	-	1 шт.
Паспорт	-	1 экз.

Сведения о методиках (методах) измерений

МВИ-ПСО-001 «Методика измерений потери в массе при высушивании в пробах фармакологически активных и вспомогательных веществ термогравиметрическим методом», ФР.1.31.2021.41169

МВИ-ПСО-002 «Методика измерений массовой доли воды в пробах фармакологически активных и вспомогательных веществ методом титрования по Карлу Фишеру», ФР.1.31.2021.41170

МВИ-ПСО-003 «Методика измерений массовой доли сульфатной золы в пробах фармакологически активных и вспомогательных веществ термогравиметрическим методом», ФР.1.31.2021.41171

МВИ-ПСО-004 «Методика измерений остаточных органических растворителей в пробах фармакологически активных и вспомогательных веществ хроматографическим методом», ФР.1.31.2021.41172

МВИ-ПСО-7000-004-01 «Методика измерений массовой доли основного вещества в органических соединениях, содержащих аминогруппу», ФР.1.31.2020.37700

МВИ-ПСО-7000-009-01 «Методика измерений массовой доли основного вещества в субстанциях фенобарбитала, морфина гидрохлорида, амитриптилина гидрохлорида, бетаксолола гидрохлорида, метаклопромида гидрохлорида, эфедрина гидрохлорида методом кислотно-основного титрования», ФР.1.31.2020.38278

Методики измерений, указанные в разделе «Ведомость методических и эксплуатационных документов» Паспорта.

Нормативные документы, устанавливающие требования к комплексу аналитическому для измерений массовой доли и массовой концентрации компонентов в фармакологически активных и вспомогательных веществах

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

Изготовитель

Федеральное государственное унитарное предприятие «Московский эндокринный завод» (ФГУП «МЭЗ», ФГУП «Эндофарм»)

Адрес: 109052, г. Москва, ул. Новохоловская, д. 25

ИНН 7722059711

Телефон: +7 (495) 234-61-92

Web-сайт: <https://endopharm.ru/>

E-mail: mez@endopharm.ru

Испытательный центр

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

Адрес: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

Телефон (факс): +7(343) 350-26-18, +7(343) 350-20-39

Web-сайт: <http://www.uniim.ru>

E-mail: uniim@uniim.ru

Уникальный номер RA.RU.311373 в Реестре аккредитованных лиц в области обеспечения единства измерений Росаккредитации.

