МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24061— 2012

СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ БИОЛОГИЧЕСКИЕ ЛИОФИЛИЗИРОВАННЫЕ ДЛЯ ВЕТЕРИНАРНОГО ПРИМЕНЕНИЯ

Метод определения массовой доли влаги

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 454)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (от 3 декабря 2012 г протокол № 54-П.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 315-ст введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24061–89

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ БИОЛОГИЧЕСКИЕ ЛИОФИЛИЗИРОВАННЫЕ ДЛЯ ВЕТЕРИНАРНОГО ПРИМЕНЕНИЯ

Метод определения массовой доли влаги

Medicine remedies biological lyophilized for veterinary use.
Method for determination mass moisture

Дата введения – 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на лиофилизированные биологические лекарственные средства для ветеринарного применения (далее – препараты) и устанавливает метод определения массовой доли влаги в диапазоне измерений от 1,0 % до 4,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.008—76 Система стандартов безопасности труда. Биологическая безопасность. Общие требования

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 3582—84 Вазелин медицинский. Технические условия

ГОСТ 5774—76 Вазелин конденсаторный. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9871—75 Термометры стеклянные ртутные электроконтактные и терморегуляторы. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28083—2012 Средства лекарственные биологические лиофилизированные для ветеринарного применения. Метод контроля вакуума в ампулах и флаконах

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем

году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении уменьшения массы пробы препарата после ее высушивания в течение 1 ч при температуре (105 ± 1) °С.

4 Условия выполнения измерений и требования безопасности

4.1 При проведении определения следует соблюдать требования биологической безопасности согласно ГОСТ 12.1.008, поскольку в ампулах и флаконах могут содержаться патогенные для человека микроорганизмы, а также технику безопасности по эксплуатации источников высокочастотных электрических сигналов, используемых при определении наличия вакуума.

4.2 Для подготовки инфицирующих, токсичных и высокогигроскопичных проб препаратов используют настольные боксы.

4.3 При нарушении целостности ампул (флаконов) и загрязнении препаратом поверхности стола, на котором проводят определение, необходимо провести обработку загрязненной поверхности 70 %-ным раствором этилового спирта по ГОСТ 18300, раствором хлорамина Б (содержание активного хлора – АХ не менее 26 %), 6 %-ным раствором перекиси водорода по ГОСТ 177 или другими дезинфицирующими средствами, обеспечивающими уничтожение микроорганизмов III—IVгрупп патогенности.

4.4 К проведению определений допускаются квалифицированные сотрудники, имеющие опыт работы с микроорганизмами III—IV групп патогенности, изучившие методику определения массовой доли влаги в препаратах.

5 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения определения применяют:

- весы со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг;

- шкаф сушильный лабораторный с диапазоном автоматически поддерживаемой температуры нагрева от 50 °С до 200 °С; погрешность стабилизации температуры в рабочей камере при установившемся режиме ± 3 °С;

- термометры ртутные стеклянные электроконтактные с диапазоном измерения температуры от 50 °С до 200 °С и ценой деления 1°С по ГОСТ 9871;

- термометры максимальные типа СП–83 М с диапазоном измерения температуры от 50 °С до 250 °С и ценой деления 1 °С;

- эксикаторы диаметром 250 мм по ГОСТ 25336;

- бюксы стеклянные по ГОСТ 25336;

- вазелин по ГОСТ 5774 или ГОСТ 3582;

- кальций хлористый безводный по ГОСТ 450 или гипс обезвоженный, или силикагель прокаленный;

- ступку фарфоровую с пестиком по ГОСТ 9147.

6 Подготовка к определению

6.1 Сушильный шкаф проверяют термометрами на равномерность нагрева не реже одного раза в месяц. Для этого три—четыре максимальных термометра размещают на полке в местах, где ставят бюксы с пробами. Расхождение между показаниями отдельных максимальных термометров допускается не более 2,5 °С спустя 10 мин после достижения температуры 105 °С. При разнице температур в разных точках полки шкафа более чем на 2,5 °С, шкафом пользоваться не допускается.

Примечание – Проверку на равномерность нагрева проводят для неаттестованных сушильных шкафов.

При высушивании проб в бюксах нижняя часть электроконтактного (контрольного) термометра должна находиться на уровне бюкс. Показания контрольного термометра являются определяющими для настройки температуры в шкафу.

Вентиляционные отверстия сушильного шкафа при сушке проб должны быть открыты.

6.2 Весы должны быть установлены в сухом помещении с постоянной температурой на прочном столе без вибраций. Весы и разновесы (гири) должны быть поверены.

Результаты всех взвешиваний регистрируют в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

6.3 Нижняя часть эксикатора должна быть заполнена обезвоженным хлористым кальцием или гипсом, или силикагелем. Пришлифованные края эксикатора слегка смазывают вазелином.

6.4 Для каждого определения должны быть подготовлены три бюксы одинакового диаметра и высоты.

Следует применять бюксы высотой не более 45 мм.

Диаметр бюксы выбирают в зависимости от массы пробы в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Масса пробы, г	Диаметр бюксы, мм
От 0,1 до 0,2 включ.	От 20 до 25 включ.
Св. 0,2 » 0,4 »	Св. 25 » 30 »
» 0,4 » 0,8 »	» 30 » 45 »
» 0,8 » 1,5 »	» 45 » 60 »
» 1,5 » 3,0 »	» 60 » 85 »

6.5 Бюксы и их крышки должны быть пронумерованы, обезжирены, вымыты, высушены при температуре 100 °С — 105 °С в течение 20—30 мин, охлаждены до комнатной температуры и находиться в эксикаторе с влагопоглотителем.

7 Отбор проб

Отбор ампул (флаконов) с препаратами проводят в соответствии с правилами, установленными в нормативных документах на лекарственные средства для ветеринарного применения, со следующим дополнением

Для проведения испытания отбирают необходимое количество ампул (флаконов) с учетом требований к массе проб, изложенных в 8.1.

При отборе проб проверяют герметичность ампул (флаконов) визуально, осматривая стенку и дно с целью выявления трещин, а также целостность и полноту прилегания закатанного колпачка и резиновой пробки. При наличии трещин или неполного прилегания резиновой пробки флакон заменяют другим.

Каждую ампулу, запаянную под вакуумом, перед извлечением из нее препарата проверяют на наличие вакуума по ГОСТ 28083.

Если ампула не имеет точки вскрытия, то для удобства вскрытия ампул в их верхней части напильником или скарификатором наносят риску, а затем отламывают. Во избежание попадания частиц стекла в препарат, находящийся в ампуле в момент вскрытия, ампулу необходимо немного наклонить вниз.

8 Проведение определения

8.1 Определение массовой доли влаги проводят в трех повторностях, для этого используют три ампулы (флакона), если в каждой (ом) из них масса пробы не менее 0,1 г.

Если ампула (флакон) содержит менее 0,1 г препарата, допускается использовать для одного определения две или более ампул (флаконов), объединяя их содержимое в общую пробу, чтобы масса каждой пробы была не менее 0,1 г.

8.2 В помещении с относительной влажностью не более 50 % отобранной пробы помещают в фарфоровую ступку и с помощью пестика доводят до порошкообразного состояния, затем помещают ровным слоем в предварительно взвешенную с крышкой бюксу. Бюксы с пробами закрывают крышками, взвешивают, снимают с них крышки и устанавливают в сушильный шкаф на полку.

Началом сушки следует считать время достижения температуры 105 °С по контрольному термометру. Продолжительность сушки должна составлять 60 мин.

8.3 После окончания сушки бюксы быстро закрывают крышками и переносят их в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры в течение не менее 30 мин, после чего бюксы взвешивают и результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю влаги X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} 100,$$

где M_1 – масса бюксы с пробой до высушивания, г;

M_2 – масса бюксы с пробой после высушивания, г.

M_0 – масса бюксы без пробы, г;

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

10 Требования к точности измерений

10.1 За окончательный результат $\bar{X}$, округленный до первого десятичного знака, принимают среднеарифметическое значение результатов трех измерений, выполненных в условиях повторяемости, если диапазон (x_{max} — x_{min}) результатов измерений не превышает критического диапазона $CR_{0,95}(3)$ = 0,20 %.

10.2 Абсолютное расхождение между двумя окончательными результатами измерений, полученными в точном соответствии с методом в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения критической разности $CD_{0,95}$ = 0,3 %.

10.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли влаги составляют ± 0,2 % при P = 0,95.

10.4 Форма записи результатов определения массовой доли влаги в препаратах приведена в приложении А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма записи результатов определения массовой доли влаги в биологических лиофилизированных лекарственных средствах для ветеринарного применения

А.1 Форма записи результатов определения массовой доли влаги в препаратах приведена в таблице А.1.

Таблица А.1

Номер определения	Дата проведения определения	Номер бюксы	Масса бюксы, г			Масса влажной пробы, г ($M_1 - M_0$)	Масса удаленной влаги, г ($M_1 - M_2$)	Массовая доля влаги, %		Подпись оператора
			без пробы, M_0	с пробой				X	$\vec{X}$	
				до сушки M_1	после сушки M_2					

УДК 615.37:619.001:006.354: МКС 11.220

Ключевые слова: лиофилизированные биологические лекарственные средства для ветеринарного применения, сущность метода, условия выполнения измерений и требования безопасности, средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы, подготовка к определению, отбор проб, проведение определения, обработка результатов, требования к точности измерений, форма записи результатов определения

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.

Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1612.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru