

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Весы и взвешивание

ОФС.1.1.0027.18

Вводится впервые

Настоящая общая фармакопейная статья устанавливает общие требования к весам и процессу взвешивания при испытании лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения.

Весы – средство измерений, предназначенное для определения массы тела через силу тяжести, действующую на это тело в условиях воздушной среды.

Взвешивание – процесс определения массы тела с помощью весов посредством сравнения с массой эталона (наборов гирь) или с помощью других физических величин.

В качестве единиц измерения массы, которые могут быть применены в весах при испытании лекарственных средств, используют в основном, миллиграммы, граммы, иногда – микрограммы, редко – килограммы.

Гиря – материальная мера (эталон) массы, нормируемая по физическим и метрологическим характеристикам: форме, размерам, материалу, качеству поверхности, номинальному значению, плотности, магнитным свойствам и пределам допускаемой погрешности.

Требования настоящей общей фармакопейной статьи относятся, как правило, к весам неавтоматического действия для статического измерения массы лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения. Гири, характеризуемые в настоящей общей фармакопейной статье, применяют в качестве эталонных гирь для поверки весов или в качестве рабочих гирь совместно с весами.

Взвешивание испытуемого и/или стандартного образца является, как правило, одним из основных процессов в аналитических методиках фармакопейных методов анализа лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения. Ошибка на этапе взвешивания может повлиять на все последующие этапы испытания, увеличить погрешность конечного результата и привести к недостоверным данным о качестве испытуемого материала. Поэтому при испытании лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения важно выбрать надлежащую систему взвешивания (*Good weighing practice*), основанную на строгом соблюдении требований, указанных в инструкции по эксплуатации используемых весов, оценке их технических и метрологических характеристик и применяемого процесса взвешивания.

Весы должны быть квалифицированы в соответствии с требованиями ОФС «Квалификация аналитического оборудования».

Основные виды весов

Существует множество весов, различающихся по принципу действия, эксплуатационному назначению, точности взвешивания, по способу установки, по виду уравновешивающего устройства и другим параметрам.

Принцип действия весов по определению массы тела основан, в большинстве случаев, на измерении действующего на них веса, считающегося равным силе гравитации, с которой Земля оказывает воздействие на взвешиваемый объект, его называют силой тяжести (F_G) (выраженной в ньютонах) и определяют следующим выражением:

$$F_G = m \cdot g \quad (1)$$

где m - масса объекта, кг;

g - ускорение свободного падения под действием силы тяжести, на уровне моря $\approx 9,81 \text{ м/с}^2$;

Двумя наиболее распространенными принципами взвешивания силы гравитации являются компенсация силы и сравнение массы с известной массой.

К весам, принцип взвешивания которых основан на компенсации силы гравитации, относятся *электронные весы*. Сила гравитации, действующая на взвешиваемый объект, может быть компенсирована за счет:

- упругой деформации: взвешиваемый объект давит на пружинный элемент, который реагирует с компенсационной силой F_c , выраженной в ньютонах, согласно следующему уравнению:

$$F_c = c \cdot \Delta s \quad (2)$$

где c - постоянная пружины, в ньютонах на метр;

Δs - изменение длины из-за упругой деформации в метрах; тензометрические датчики используются для измерения деформации или удлинения и преобразования их в электрическое сопротивление;

- электромагнитной силы, которая удерживает датчик нагрузки в равновесии. В большинстве весов с высоким разрешением это сила Лоренца, которая генерируется током внутри катушки, окружающей постоянный магнит.

К весам, принцип взвешивания которых основан на сравнении массы с известной массой, относятся *механические весы*, которые в основном являются равноплечими. В механических равноплечих весах сравнение массы осуществляется с помощью двуплечего рычага и двух чаш весов. Масса взвешиваемого объекта компенсируется противовесами известной массы на противоположном конце рычага. Противовесы подобраны таким образом, чтобы плечи весов находились в положении равновесия.

В зависимости от принципа измерения весов масса либо измеряется непосредственно (например, равноплечие весы), либо рассчитывается, исходя из веса с использованием уравнения (1) (например, весы с использованием компенсации электромагнитной силы). В зависимости от способа работы на весах, а именно, участия или не участия человека в процессе взвешивания, весы подразделяют на весы автоматического и неавтоматического действия.

Весы автоматического действия – это весы, которые взвешивают без

вмешательства оператора и/или выполняют свои функции автоматически по заранее установленной программе автоматических процессов, характерных для весов. К этой группе относят весы специальных назначений, для которых установлены индивидуальные технические и метрологические требования. В фармацевтической практике возможно использование этой группы весов, интегрированных в автоматизированный процесс технологического производства или аналитических испытаний, например, автоматических весовых дозаторов и др.

Весы неавтоматического действия – это весы, требующие вмешательства оператора во время процесса взвешивания для принятия решения о приемлемости результата взвешивания. Весы этой группы имеют общие принципы работы, но разнообразны по конструкции, назначению, применению. По основным отличительным признакам весы неавтоматического действия могут быть градуированные и неградуированные, с автоматическим, полуавтоматическим или неавтоматическим установлением показаний:

- *градуированные весы* – весы, позволяющие проводить прямое считывание полного или частичного результата взвешивания;

- *неградуированные весы* – весы не имеющие числовой шкалы, градуированной в единицах массы;

- *весы с автоматическим установлением показаний* – весы, в которых состояние равновесия наступает без вмешательства оператора;

- *весы с полуавтоматическим установлением показаний* – весы с диапазоном автоматического установления показаний, границы которого изменяет оператор;

- *весы с неавтоматическим установлением показаний* – весы, уравнивание которых полностью выполняет оператор.

Весы неавтоматического действия, в состав которых входят электронные устройства относят к *электронным весам*.

В следующем случае весы классифицируют по техническим,

метрологическим и другим, порой не очевидным, характеристикам. Для определения массы при испытании лекарственных средств и материалов в фармацевтической практике использование находят, в основном, весы, относящиеся к группе *весов лабораторных*, среди которых наибольшее применение находят весы лабораторные аналитические, имеющие различную модификацию, максимальную нагрузку, дискретность и др.

Весы лабораторные аналитические подразделяют в зависимости от цены деления шкалы (дискретности) на ультрамикроданалитические (дискретность 0,1 мкг, т.е. 7 знаков после запятой), микроданалитические (дискретность 1 мкг, т.е. 6 знаков после запятой), полумикроданалитические (дискретность 0,001 мг, т.е. 5 знаков после запятой), аналитические (дискретность, в основном, 0,0001 г, т.е. 4 знака после запятой).

Весы, имеющие дискретность более 1 мг, как правило, относят к *весам лабораторным техническим*, среди которых выделяют *весы прецизионные*, имеющие дискретность от 1 мг до 1 г, т.е. 3 знака и менее после запятой.

Весы лабораторные торсионные с дискретностью, как правило, 1 мг, имеют ограничение по максимальной нагрузке до 50, 100 или 500 мг.

Для предварительного взвешивания или взвешивания без установленной точности, могут быть также использованы подходящие по дискретности, максимальной нагрузке и другим параметрам *весы ручные*, *весы тарирные* и другие виды и типы весов.

По способу установки весов на месте эксплуатации различают *весы для статического* и *для динамического взвешивания*. Статическое взвешивание, в противоположность динамическому – это взвешивание груза, который находится в неподвижном состоянии на грузоприемном устройстве весов.

Большинство весов, используемых сегодня, показывают результат взвешивания на цифровом дисплее.

Как правило, весы имеют некоторые средства, показывающие, что индикация стабилизировалась и может быть записана или распечатана. Весы могут быть подключены к другому оборудованию, которое документирует

результат процедуры взвешивания, например, к принтерам или электронным системам.

Особенности технических требований

Технические требования касаются конструкции, дизайна, установки, эксплуатации и других технических характеристик весов.

Весы должны иметь *конструкцию*, соответствующую своему назначению. Предназначение в данном случае включает в себя такие характеристики и факторы, как особенность и обязательность применения, окружающая среда. Конструкция весов должна быть пригодной к эксплуатации, т.е. быть прочной и тщательно отработанной для обеспечения сохранения метрологических свойств в течение определенного периода эксплуатации. Если область применения весов необходимо ограничить, то может потребоваться соответствующая маркировка. Конструкция весов включает основные устройства: модуль (датчик, индикатор, устройство обработки аналоговых или цифровых данных и др.), электронные части, показывающее устройство весов, вспомогательные показывающие устройства, дополнительные устройства (установка по уровню, установка нуля, устройство тарирования, устройство предварительного задания массы тары, устройство арретирования, вспомогательное устройство для поверки, программное обеспечение) и др. Весы должны иметь маркировку, советуемую модели весов с указанием товарного знака, условного обозначения типа весов, серийного номера, года выпуска, класса точности.

Весы должны быть устойчивыми к воздействию внешних факторов (влажность, температура, давление, вибрация, магнитные поля), а также должны иметь необходимую степень защиты от проникновения внутрь воды, пыли и других посторонних твердых частиц, кроме того обладать необходимыми свойствами безопасности для человека.

Качество работы весов и результатов взвешивания зависят от *места установки весов*. Необходимо определить и выбрать помещение, зону для установки прибора. Помещение не должно подвергаться воздействию

различных вибраций. По возможности весы следует устанавливать в помещении с контролируемым и постоянно поддерживаемым, указанным в инструкции по эксплуатации прибора, уровнем температуры и относительной влажности. Для установки весов следует выбрать специальное место (весовой стенд), которое может быть закреплено на полу, прикреплено к стенке в виде кронштейна или отдельный весовой стол, представляющий собой устанавливаемый на пол стол для весов с гранитной столешницей, каменную плиту или другой лабораторный стол. Весы необходимо устанавливать на поверхность из твердого, ровного материала, который должен поглощать вибрации, обладать антимагнитными и антистатическими свойствами. Если для установки весов используют металлические части (например, опора стола), то их необходимо заземлять, чтобы предотвратить накопление статического заряда. Весовой стол должен быть устойчивым, не должен прогибаться, качаться и изменять результаты взвешивания, если кто-то прислонится к нему.

Необходимо обеспечить, чтобы на весы не падал прямой солнечный свет, для чего весы в помещении следует располагать у стены без окон или вдали от наружных окон. Используемые электроосветительные приборы не должны находиться вблизи весов, так как они выделяют тепло, при этом наибольшее количество тепла выделяют лампы накаливания. В месте, где расположены весы, не должно быть воздушных потоков и сквозняков. Не рекомендуется устанавливать весы на пути прохождения воздушных потоков от кондиционеров, нагревательных приборов (сушильных шкафов, печей) и приборов отопления, от устройств, оборудованных вентиляторами и нагнетателями (компьютеров, электрообогревателей и др.), а также устанавливать весы рядом с дверью. Вблизи весов не должны находиться вещества, материалы, выделяющие вредные пары, газы. Для весов, предназначенных для применения в агрессивных средах, необходимо предусматривать дополнительную защиту в зависимости от типа (вида) воздействия. Следует обеспечить безопасную бесперебойную подачу

электроэнергии в помещение. Весы не следует располагать вблизи источников электромагнитного излучения, таких как высокочастотные генераторы, электродвигатели или портативные устройства связи (в том числе беспроводные телефоны, сотовые телефоны и рации). Весы не должны размещаться вблизи магнитных полей, создаваемых лабораторными приборами или другим оборудованием.

Весы *устанавливают* по уровню и уровень установки весов периодически проверяют. При расположении весов на горизонтальной поверхности рекомендуется использовать индикатор для определения уровня, пузырек должен быть в центре индикатора. Выравнивание весов осуществляют с помощью регулируемых опор (ножек прибора).

Весы, имеющие сложную конструкцию защитного кожуха необходимо устанавливать таким образом, чтобы открывание кожуха было наименьшим. У весов с обычным кожухом дверка должна открываться на ширину, позволяющую правильно расположить объект для взвешивания.

После первоначальной установки весов или смены их местоположения, необходимо выдержать весы в новом месте установки не менее 12 часов, не подключая их к электросети, если иное не указано в инструкции по эксплуатации прибора. После первого подключения весов к источнику питания или после включения весов после длительного отключения от источника питания, весы необходимо прогреть в течение не менее 2 часов, если иное не указано в инструкции по эксплуатации прибора. Не рекомендуется отключать весы от источника питания при регулярной эксплуатации, но при этом их необходимо переводить в режим ожидания. В этом случае, при последующем использовании весов, период предварительного прогрева не потребуется.

Необходимо регулярно выполнять *настройку* (калибровку, юстировку) весов, особенно при первом использовании весов, при переносе, перемещении и установке весов в новом месте, после настройки уровня весов,

после значительных изменений температуры, относительной влажности или атмосферного давления окружающей среды.

Юстировка – это операция, производимая для коррекции расхождения между показываемым результатом измерения и истинным значением массы, необходима для снижения расхождения между этими показателями. Некоторые марки весов имеют функцию самокалибровки или снабжены встроенной автоматической самокалибровкой, которую можно запрограммировать.

В некоторых видах электронных аналитических весов используют встроенные гири для ручной или автоматической настройки. Эту настройку обычно применяют для уменьшения дрейфа весов с течением времени и для компенсации дрейфа, связанного с колебаниями температуры окружающей среды.

Калибровка – это определение разницы между результатом взвешивания образца и истинным значением его массы, при калибровке не происходит изменение параметров весов. Калибровка входит в квалификацию функционирования, но, как правило, также регулярно выполняется и в дальнейшем – при проведении испытаний в ходе квалификации эксплуатации весов. Калибровка должна выполняться в том месте, в котором происходит повседневное использование весов.

После установки весов необходимо провести работы по *квалификации функционирования* (ОФС «Квалификация аналитического оборудования»), которые могут быть выполнены как квалифицированными сторонними организациями, так и пользователями весов. В качестве обязательного условия для проведения таких работ к весам должно быть подключено питание и весы должны быть уравновешены перед началом использования в течение времени, указанного в инструкции по эксплуатации, как правило, от 1 до 24 ч, в зависимости от типа весов. В зависимости от типа весов перечень испытаний при квалификации функционирования весов может включать следующие параметры:

- механическая мобильность подвижных частей;
- контроль стабильной индикации;
- ручная или автоматическая настройка с помощью встроенных гирь;
- функционирование вспомогательного оборудования;
- функция тарирования;
- первичная калибровка.

Особенности метрологических требований

Метрологические требования касаются метрологических свойств средств измерений, т.е таких свойств, которые влияют на результаты и погрешности измерений. Для оценки метрологических свойств средств измерений применяют соответствующие метрологические характеристики средств измерений (МХСИ), которые необходимы для определения результатов и расчета характеристик инструментальной составляющей погрешности измерений, для оценки технического уровня и качества средств измерений при выборе конкретного средства измерений, кроме того, они также могут быть использованы в качестве количественных критериев при оценке соответствия средств измерений установленным нормам и т.д. Нормированные МХСИ (по номенклатуре, по критериям приемлемости метрологических характеристик и др.) устанавливаются при государственных испытаниях средств измерений на соответствие типу средства измерений и указывают в соответствующих нормативных документах на средства измерений. Совокупность нормированных МХСИ для конкретного типа средств измерений называют комплексом нормированных МХСИ. Основными метрологическими характеристиками весов являются такие как: нагрузка весов, деление шкалы, тип, семейство весов.

Максимальная нагрузка – максимальное значение нагрузки без учета диапазона компенсации массы тары. Эта метрологическая характеристика указана в документации к весам как параметр «Наибольший предел взвешивания» (НПВ) или *Max*, обозначающий предельную массу образца, определяемую за одно взвешивание на этих весах. Превышение *Max* при

эксплуатации весов может привести к выходу оборудования из строя и необратимым изменениям их характеристик.

Минимальная нагрузка – значение нагрузки, ниже которой результат взвешивания может иметь чрезмерную относительную погрешность. Эта метрологическая характеристика указана в документации к весам как параметр «Наименьший предел взвешивания» (НМВ) или *Min*, обозначающий минимальную массу образца, определяемую за одно взвешивание на этих весах. При взвешивании образца, имеющего массу ниже установленного значения *Min*, весы могут отображать результаты измерения, но их достоверность не гарантирована.

Диапазон взвешивания – диапазон между минимальной и максимальной нагрузками. Для увеличения точности измерения весь интервал взвешивания от *Min* до *Max* может быть разбит на два или три диапазона. Для каждого диапазона задается своя допустимая погрешность, что позволяет компенсировать рост погрешности с увеличением массы взвешиваемого образца.

Длина деления шкалы – это расстояние между двумя следующими друг за другом отметками шкалы. В документации к весам, как правило, указана действительная цена деления шкалы, называемая также *дискретностью*, обозначаемая *d* – это значение, выраженное в единицах массы, равное разности между двумя значениями, соответствующими двум последовательным отметкам шкалы для аналогового отображения измеряемого значения массы (например, для электронных весов) или разности между следующими друг за другом последовательно отраженных показаний для цифрового отображения измеряемого значения массы.

Кроме того, для необходимых расчетов в документации к весам может быть указано *поверочное деление* или *цена поверочного деления*, обозначаемое *e*, – это условное значение, выраженное в единицах массы, применяемое для классификации весов, оценке соответствия, при поверке весов, устанавливаемая производителем весов. Как правило, производители

весов гарантируют следующее соотношение: $d = e$, но для некоторых типов весов, соотношение может быть другим, например, $2d = e$ и др.

Число поверочных делений, обозначаемое n , определяют как частное от деления максимальной нагрузки весов на значение поверочного деления весов: $n = Max/e$.

Метрологические требования также касаются классификации весов по классу точности, установлению предела допускаемой погрешности весов и некоторых других аспектов.

Класс точности весов – это нормированные МХСИ, установленные на основе обобщенных метрологических характеристик весов, выражаемые пределами допускаемых основной и дополнительной погрешностями весов, а также другими требованиями (характеристиками), влияющими на точность. Класс точности присваивают средствам измерений в установленном порядке при их разработке с учетом результатов государственных приемочных испытаний. Несмотря на то, что класс точности весов дает возможность судить о том, в каких пределах находится погрешность весов этого класса, непосредственным показателем погрешности измерений, выполняемых с помощью таких весов, он не является.

Для весов установлено четыре класса точности: специальный, высокий, средний и обычный. Весы квалифицируют в соответствии с:

- поверочным делением шкалы весов e , которое отражает абсолютную точность;
- числом поверочных делений шкалы n , которое отражает относительную точность;
- нижним пределом минимальной нагрузки весов. Минимальная нагрузка установлена, чтобы показать, что взвешивание нагрузок ниже заданного значения приведет к большим относительным погрешностям.

В таблице 1 отражены значения МХСИ, характеризующие класс точности весов.

Таблица 1 – Классификация весов для статического взвешивания

Класс точности и принятое обозначение	Поверочное деление e	Число поверочных делений $n=Max/e$		Минимальная нагрузка Min (нижний предел)
		минимальное	максимальное	
Специальный I	$0,001 \text{ г} \leq e'$	50000	-	$100 e$
Высокий II	$0,001 \text{ г} \leq e \leq 0,05 \text{ г}$ $0,1 \text{ г} \leq e$	100	100 000	$20 e$
		5000	100 000	$50 e$
Средний III	$0,1 \text{ г} \leq e \leq 2 \text{ г}$ $5 \text{ г} \leq e$	100	10 000	$20 e$
		500	10 000	$20 e$
Обычный III	$5 \text{ г} \leq e$	100	1000	$10e$

Примечание. 1. Обычно невозможно выполнить испытания или поверку весов с $e < 1$ мг из-за большой неопределенности испытательных нагрузок

Для установления метрологических требований к пределу допускаемой погрешности весов необходимо определить понятие «показание весов».

Показание весов – это обозначаемое значение величины/результата измерения массы тела, показываемое, отображаемое весами. Полученные показания весов в результате окончательного взвешивания могут различаться по виду их представления, по результатам взвешивания, по снятию отсчета, по определяемым погрешностям. Показания весов могут быть представлены в визуальном виде при непосредственном считывании показаний с циферблата или экрана, либо суммированием значением уравновешивающих гирь, и/или в распечатанном виде. Если измерение проводили с участием гирь (уравновешивание гирями), то показание весов – это масса метрологически контролируемых гирь, уравновешивающих нагрузку; в случае аналоговой индикации показания будут отображены в виде информации, позволяющей определить состояние равновесия в долях цены деления шкалы, а в случае цифровой индикации показания будут представлять собой тип отображения информации, при котором отметки шкалы образуют последовательность упорядоченных цифр, не позволяющую проводить интерполяцию до долей цены деления шкалы.

В зависимости от настройки весов результатом взвешивания может быть масса брутто (G) (масса образца с емкостью для взвешивания), масса нетто (N) (масса образца) или масса тары (T) (масса емкости для взвешивания), а также и другие заданные значения.

Достичь при взвешивании абсолютно точного (истинного) значения величины/результата массы тела практически невозможно из-за различных факторов, влияющих на погрешность измерения.

Погрешность показания (погрешность измерения) (E) – это разность между показанием весов и истинным значением соответствующей условной массы.

Существуют различные классификации погрешностей измерения: по форме выражения (абсолютная погрешность весов, относительная погрешность весов), по источникам возникновения (инструментальные, методические, погрешности работы пользователя), по закономерности возникновения и проявления (систематические, случайные, чрезмерные) и др.

Показания весов считают достоверными при учете погрешностей измерения, характерных для конкретного взвешивания и в пределах допустимых значений погрешностей. Как правило, учитывают следующие погрешности измерения:

- *основная погрешность* (абсолютная, относительная) – погрешность весов, определенная при нормальных условиях;

Примечание: нормальные условия – это совокупность установленных значений влияющих факторов, при которых правомерно проводить сравнение результатов измерений.

- *основная первоначальная погрешность* – основная погрешность весов, определенная до проведения эксплуатационных испытаний и испытаний на стабильность чувствительности;

- *ошибка* – разность между погрешностью и основной погрешностью весов;

- *промах* – ошибка, превышающая значение проверочного деления e ;
- *погрешность долговечности* – разность между основной погрешностью весов после некоторого периода эксплуатации и их основной первоначальной погрешностью;

- *стабильность чувствительности* – способность весов на протяжении периода эксплуатации сохранять в заданных пределах разность между показанием весов при максимальной нагрузке и показанием весов без нагрузки.

Наибольшее значение погрешности показания, допускаемой техническими условиями, правилами и другими документами для данного средства измерений, определяет величину предела допускаемой погрешности. Погрешность показаний весов в диапазоне измерений по абсолютному значению не должна превышать предела допускаемой погрешности

Предел допускаемой погрешности (maximum permissible error) (mpe) – максимальная разность (положительная или отрицательная) между показанием весов и соответствующим истинным значением, задаваемая эталонными гирями, устанавливаемая для весов, находящихся в нормальном положении и имевших до нагружения нулевые показания. Предел допускаемой погрешности весов определяется ценой поверочного деления e .

Для весов четырех классов точности в таблице 2 приведены установленные метрологические требования – пределы допускаемой погрешности весов при поверке и при эксплуатации. Пределы допускаемой погрешности при эксплуатации весов равны удвоенному значению при их поверке.

Таблица 2 – Пределы допускаемой погрешности весов при увеличении или уменьшении нагрузки

Для нагрузки m , выраженной в поверочных делениях e	Пределы допускаемой	Пределы допуска
---	---------------------	-----------------

Класс I	Класс II	Класс III	Класс III	погрешности при первичной поверке	аемой погрешности и при эксплуатации
$0 \leq m \leq 50000$	$0 \leq m \leq 5000$	$0 \leq m \leq 500$	$0 \leq m \leq 50$	$\pm 0,5 e$	$\pm 1,0 e$
$50000 \leq m \leq 200000$	$5000 \leq m \leq 20000$	$500 \leq m \leq 2000$	$50 \leq m \leq 200$	$\pm 1,0 e$	$\pm 2,0 e$
$200000 < m$	$20000 < m \leq 100000$	$2000 < m \leq 10000$	$200000 < m \leq 1000$	$\pm 1,5 e$	$\pm 3,0 e$

При определении результатов взвешивания используют абсолютное значение предела допускаемой погрешности, т.е. значение пределов допускаемой погрешности без учета знака. Пределы допускаемой погрешности применимы к нагрузкам брутто (G), а во время работы устройства тарирования – нагрузкам нетто (N), но они не применимы к расчетной массе нетто, если работает устройство предварительного задания массы тары.

Испытания весов

В течение жизненного цикла весы подвергаются различным испытаниям в соответствии с действующими законодательными и нормативными документами. Весы, предназначенные для применения в сфере государственного регулирования, подлежат *метрологическому контролю*, который выполняется организациями, уполномоченными на проведение испытаний, и осуществляется в формах:

- утверждения типа весов;
- первичной и последующих поверок весов;
- государственного метрологического надзора за весами и их применением.

В настоящей общей фармакопейной статье приведены наиболее важные характеристики весов, используемых в аналитических целях, которые необходимы для оценки их точности. Приведенные данные по испытанию весов могут быть применимы для определения и подтверждения соответствия метрологических свойств, характеристик весов установленным

требованиям при калибровке, поверках и в случае других испытаний весов, выполняемых их пользователями, в том числе, на этапе *квалификации эксплуатации* весового оборудования (ОФС «Квалификация аналитического оборудования»), вместе с тем, указанные данные по испытанию весов не являются исчерпывающими.

Периодичность, объем испытаний, критерии приемлемости определяемых метрологических свойств весов и другие аспекты испытаний, зависят от жизненного цикла, технических и метрологических характеристик, назначения и предполагаемого использования весов, а также от рисков, связанных с применением и допустимой погрешностью взвешивания весов, в зависимости от которых некоторые из этих испытаний могут быть пропущены. Испытания также могут быть не проведены, если согласно имеющимся данным определяемая характеристика весов оказывает минимальное влияние на точность взвешивания весов.

Например, для весов, предназначенных для «точного взвешивания», особенно важно, чтобы такие весы были откалиброваны в рабочем диапазоне и соответствовали установленным требованиям, прежде всего, по таким параметрам, как повторяемость и точность весов, а простые равноплечие весы, предназначенные для предварительного взвешивания или взвешивания без установленной точности, оценивают, как правило, по чувствительности, нецентральному нагружению, проверке отношения плеч весов, рейтера и градуированного коромысла.

Поверка весов представляет собой определенный комплекс испытаний, операций, мероприятий, выполняемых в целях подтверждения соответствия средств измерений (весов), установленным метрологическим характеристикам. При выпуске весов из производства или после ремонта проводится первичная поверка. Последующие поверки весов (периодическая, внеочередная, инспекционная и др.) осуществляют в соответствии с установленными сроками их проведения и нормативными требованиями в течение всего жизненного цикла весов.

Поверка весов с использованием *внешней гири* помогает обеспечить соблюдение требований к погрешности взвешивания весов. Поверка весов проводится через определенные интервалы в соответствии с применимыми стандартными операционными процедурами. Периодичность поверки весов зависит от риска применения и допустимой погрешности взвешивания. Поверки с использованием внешних гирь можно частично заменить автоматической или активируемой вручную настройкой с использованием встроенных гирь.

При проведении поверки весов должны быть соблюдены общие правила техники безопасности, а также требования безопасности и меры предосторожности, указанные в эксплуатационной документации наверяемые весы и применяемые средства поверки.

Используемые испытания, периодичность их проведения могут варьироваться в зависимости от значимости конкретной характеристики, но эти условия для конкретных весов должны соответствовать внутренним стандартным операционным процедурам (СОП) организации, использующей весы и должны быть надлежащим образом обоснованы. Проведение испытаний весов должно быть подтверждено записями об испытаниях в соответствии с СОП. Такие записи должны позволять легко проследить использование весов, и, если это необходимо, содействовать в лабораторных расследованиях.

Испытания весов по определению метрологических параметров проводят методом непосредственной оценки с помощью нагрузки – *эталонных гирь* подходящего класса точности. Пределы допускаемой погрешности (отклонение значения массы от номинального значения) используемых гирь подходящего класса точности, как правило, не должны превышать $1/3$ предела допускаемой погрешности весов при данной нагрузке, что является обязательным требованием при испытании весов на чувствительность, линейность. В некоторых случаях, например, при испытании на повторяемость, нецентральное нагружение, достаточно

использовать номинальную массу гири (гирь), но при этом необходимо следить, чтобы во время испытания масса гири (гирь) не изменялась и оставалась стабильной.

Эталонные гири, используемые для испытаний, следует хранить и обращаться с ними таким образом, чтобы минимизировать их загрязнение. Перед выполнением испытаний эталонные гири необходимо поместить и оставить рядом с весами в течение времени, необходимого для того, чтобы установилось достаточное тепловое равновесие. По возможности, в испытаниях рекомендуется использовать одну эталонную гирю, чтобы минимизировать ошибки из-за неправильного обращения, но допускается также использование нескольких эталонных гирь.

Перед началом испытаний проводят внешний осмотр и опробование весов, изучают данные о метрологических характеристиках, которые указаны на весах.

Испытание на *реагирование оценивает* способность весов реагировать на малые изменения нагрузки: порог реагирования весов для данной нагрузки равен наименьшему значению дополнительной нагрузки, которая при ее плавном приложении к грузоприемному устройству или снятии с него, вызывает заметное изменение показания.

Реагирование проверяют на весах с неавтоматическим установлением показаний и весах с аналоговой индикацией, кроме весов с цифровой индикацией. Испытание проводят при трех различных нагрузках: *Min*, $1/2Max$ и *Max*; испытание на реагирование допускается проводить при определении погрешности весов.

Плавная установка на весы с неавтоматическим установлением показаний или снятие с этих весов, находящихся в состоянии равновесия, эталонных гирь массой, равной $0,4$ абсолютного значения предела допускаемой погрешности при данной нагрузке $|m_{pe}|$, но не менее 1 мг, должна вызывать заметное смещение показывающего элемента.

Плавная установка на весы с аналоговой индикацией (автоматическим или полуавтоматическим установлением показаний) или снятие с этих весов, находящихся в состоянии равновесия, эталонных гирь массой, равной абсолютному значению предела допускаемой погрешности при данной нагрузке $|m_{pe}|$, но не менее 1 мг, должна вызывать постоянное смещение показывающего элемента на значение, большее или равное 0,7 массы эталонных гирь.

Испытание весов на *чувствительность* оценивает способность весов выходить из состояния равновесия при самом незначительном увеличении или уменьшении нагрузки в точках приложения. Определение минимальной чувствительности применяют, как правило, для весов с неавтоматическим установлением показаний.

Во время испытания на чувствительность грузоприемное устройство весов не должно быть заблокировано, т.е. весы должны находиться в режиме взвешивания. На грузоприемное устройство весов, находящихся в состоянии равновесия (нуля или *Max*), помещают испытательную нагрузку – эталонные гири массой, равной абсолютному значению предела допускаемой погрешности $|m_{pe}|$ для приложенной нагрузки к весам. Эталонные гири на грузоприемное устройство помещают с легким нажимом для преодоления порога чувствительности весов.

Чувствительность весов для данного значения измеряемой массы m представляет собой частное от деления изменения Δl наблюдаемой величины l на соответствующее изменение Δm измеряемой массы m (или иначе – на величину массы эталонных гирь (нагрузку), которая вызывает это изменение). При этом, чем меньше разница в величине нагрузки, которую можно определить этими весами, тем выше их чувствительность, тем точнее результаты взвешивания, следовательно, выше точность весов.

Для весов с неавтоматическим установлением показаний установлены следующие требования к минимальной чувствительности: дополнительная нагрузка, эквивалентная абсолютному значению предела допускаемой

погрешности $|mpe|$, приложенная к весам, находящимся в состоянии равновесия, должна вызывать постоянное смещение показывающего элемента не менее чем:

- на 1 мм – для весов классов точности I и II;
- на 2 мм – для весов классов точности III и III с $Max \leq 30$ кг;
- на 5 мм – для весов классов точности III и III с $Max > 30$ кг.

Если весы способны сохранять равномерность показаний чувствительности во всем диапазоне допустимой нагрузки, то считается, что весы обладают свойством *линейности*. Как правило, чувствительность определяют 3-6 раз в диапазоне интервала испытаний. Нелинейность обычно выражают как наибольшее значение любого отклонения от линейности в пределах интервала испытания.

Испытание весов на *повторяемость (размах показаний)* – это способность весов показывать близкие друг к другу результаты для одной и той же нагрузки, прикладываемой к грузоприемному устройству несколько раз практически одним и тем же способом, при достаточно постоянных условиях испытаний.

При испытаниях на повторяемость показаний весов, проводимых в целях утверждения типа весов, выполняют две серии взвешиваний: одна – с нагрузкой около 50 % Max , другая – с нагрузкой, близкой к 100 % Max . Для весов Max которых менее 1000 кг, каждая серия должна состоять из 10 взвешиваний. При испытаниях на повторяемость при поверке весов величина нагрузки приблизительно равна 0,8 Max , проводят шесть взвешиваний для весов I и II классов точности и не менее трех взвешиваний для весов III и III классов точности.

При испытании на чувствительность весы несколько раз нагружают одной и той же нагрузкой. Считывание показаний весов следует проводить, когда весы нагружены и когда разгруженные весы возвращаются к положению равновесия между взвешиваниями. Перед каждым нагружением необходимо убедиться в том, что весы показывают нуль, или, при

необходимости, установить нулевое показание с помощью устройства установки нуля. Если весы снабжены автоматическим устройством установки на нуль или устройством слежения за нулем, то это устройство должно быть включено во время испытания.

Повторяемость (размах) показаний оценивают по разности между максимальным и минимальным значениями погрешностей (с учетом знаков), полученными при проведении серии измерений. Эта разность не должна превышать абсолютного значения предела допускаемой погрешности весов ($|mpe|$), при этом погрешность любого отдельного (единичного) результата взвешивания не должна превышать пределов допускаемой погрешности весов (mpe) для данной нагрузки.

Определение *погрешности показания (погрешности измерения)* весов проводят, учитывая все погрешности, установленные при различных состояниях весов: при установке весов на нуль, при центрально-симметричном нагружении, при нецентральной нагрузке, при наклоне весов, при работе устройства тарирования и др.

Погрешность показания (E_c), скорректированная с учетом указанных выше погрешностей, не должна превышать пределов допускаемой погрешности весов (mpe) для данной нагрузки. Скорректированная погрешность показания (E_c) может быть рассчитана суммированием квадратичных погрешностей, если они не являются взаимозаменяемыми, но также применяют и другие методы вычисления погрешности показания.

При проведении испытания по определению любой погрешности, если весы снабжены автоматическим устройством установки на нуль или устройством слежения за нулем, то данное устройство может быть включено.

Определение погрешности при установке на нуль. Испытание проводят только для весов с цифровой индикацией, у которых $e = d$ или $e = 2d$.

Испытание для весов с неавтоматическим или полуавтоматическим устройством установки на нуль, без отключенного устройства или с отключенным устройством слежения за нулем, проводят следующим

образом: устанавливают показание весов на нуль при пустом грузоприемном устройстве весов, затем последовательно нагружают весы дополнительными гирями, увеличивая нагрузку с шагом $0,1 e$ до момента возрастания показания на одно поверочное деление по отношению к нулю. Погрешность при установке на нуль (E_0) рассчитывают по формуле:

$$E_0 = 0,5d - \Delta L_0 \quad (3)$$

где ΔL_0 - масса дополнительных гирь;
 d - дискретность.

Испытание для весов с автоматическим устройством установки на нуль и/или устройством слежения за нулем проводят следующим образом: погрешность при установке на нуль определяют при нагрузке, близкой к нулю, например $10 d$ (L_0), чтобы вывести показания весов за диапазон автоматической установки на нуль. Записывают показание весов и последовательно помещают на грузоприемное устройство весов дополнительные гири, увеличивая нагрузку с шагом $0,1 d$ до тех пор, пока при какой-то нагрузке ΔL_0 показание не повысится на значение, равное цене деления, и не достигнет значения ($I_0 + d$). Погрешность при установке на нуль (E_0) рассчитывают по формуле:

$$E_0 = I_0 - L_0 + 0,5d - \Delta L_0 \quad (4)$$

где I_0 - показание весов при начальной нагрузке, близкой к нулю;
 L_0 - масса первоначально установленных гирь ($10d$);
 ΔL_0 - масса дополнительных гирь.

Принимают, что погрешность при нагрузке $10 d$ соответствует погрешности при установке на нуль.

Погрешность установки на нуль не должна превышать $\pm 0,25 e$.

Определение погрешности при центрально-симметричном нагружении весов. Для определения этой погрешности перед нагружением весов показание весов должно быть установлено на нуль, т.е. установлено

центральное положение нулевой точки, или должно быть определено значение погрешности при установке на нуль.

Для проведения испытания устанавливают испытательные нагрузки — эталонные гири. Определение проводят постепенным нагружением весов эталонными гирями, масса которых должна постепенно возрастать от нуля до Max , затем, при разгрузке весов, масса эталонных гирь должна постепенно уменьшаться. Эталонные гири устанавливают на грузоприемное устройство весов симметрично относительно его центра. Для испытания используют, как правило, не менее пяти значений нагрузок, приблизительно равномерно делящих диапазон весов. Значения выбранных нагрузок должны включать в себя значения Max и Min (если $Min \geq 100$ мг), а также значения нагрузок, равные или близкие тем, при которых происходит изменение пределов допускаемой погрешности весов (mpe). В установленных случаях может быть использовано большее количество испытательных нагрузок.

На грузоприемное устройство весов с цифровой индикацией $e = d$ или $e = 2d$ помещают эталонную гирю массой (L) и записывают соответствующее показание весов (I). Затем на грузоприемное устройство последовательно помещают дополнительные эталонные гири массой, увеличивая нагрузку с шагом $0,1e$ до тех пор, пока при какой-то нагрузке (ΔL) показание не возрастет на значение, равное цене деления, и не достигнет ($I + d$). Показание весов (I) считывают после каждого нагружения, дождавшись стабилизации показания. С учетом значения массы дополнительных гирь (ΔL) скорректированное показание весов рассчитывают по формуле:

$$P = I + 0,5d - \Delta L \quad (5)$$

где P - скорректированное показание весов до округления;
 I - показание весов;
 ΔL - суммарное значение массы дополнительных гирь.

Погрешность при центрально-симметричном нагружении весов (E) при каждом значении нагрузки рассчитывают по формуле:

$$E = P - L = I + 0,5d - \Delta L - L \quad (6)$$

- где P - скорректированное показание весов до округления;
 I - показание весов;
 ΔL - суммарное значение массы дополнительных гирь;
 L - масса эталонных гирь, установленных на весах.

Скорректированную погрешность измерения (E_c) (с учетом погрешности установки на нуль) рассчитывают по формуле:

$$E_c = E - E_0 \quad (7)$$

Весы, у которых диапазон устройства первоначальной установки нуля превышает значение $20\% Max$, должны быть подвергнуты дополнительному испытанию на взвешивание. При этом нулевой точкой диапазона взвешивания весов служит верхняя граница диапазона устройства первоначальной установки нуля.

Определение погрешности при нецентральной нагрузке весов.
Нецентральное нагружение весов – отклонение результата испытания, вызванное нецентральным положением нагрузки, т.е. асимметричным положением центра тяжести нагрузки по отношению к грузоприемному устройству.

В самом начале испытания достаточно определить погрешность установки на нуль, но в некоторых случаях, например, для весов специального класса точности I, весов с большим разрешением и т.д., рекомендуется определять погрешность установки на нуль перед каждым нецентральным нагружением. В случае превышения предела допускаемой погрешности (mpe) определение погрешности при установке на нуль должно быть выполнено перед каждым нагружением.

В случае, если весы с грузоприемным устройством имеют не более четырех опор, испытание проводят следующим образом: грузоприемное устройство весов условно делят приблизительно на четыре равные части и последовательно в центр грузоприемного устройства и далее в центр каждой части однократно помещают эталонные гири массой: близкой к $1/3 Max$ – для

весов, снабженных устройством выборки массы тары, и близкой к $1/3$ суммы значения *Max* и наибольшего предела компенсации массы тары – для весов, снабженных устройством компенсации массы тары.

При выборе нагрузок предпочтительно использовать гири большей массы, чем несколько маленьких гирь. В случае использования нескольких гирь, гири маленькой массы устанавливаются сверху на большие или равномерно распределяют по всей площади исследуемого участка грузоприемного устройства, избегая чрезмерного нагромождения гирь в нем. Нагрузка должна быть установлена по центру сегмента при использовании одной гири и равномерно распределена по всей площади исследуемого сегмента грузоприемного устройства при использовании нескольких небольших гирь.

Погрешность при нецентральной нагрузке при каждом положении нагрузки определяют так же, как при центрально-симметричной нагрузке весов, она не должна превышать пределов допускаемой погрешности весов при данной нагрузке.

Зависимость погрешности показания весов от нецентральной нагрузки весов выражают, как наибольшее значение любых различий между показаниями весов при нецентральной и центрально-симметричной нагрузке весов конкретным значением испытательной нагрузки.

Точность (правильность) весов – это качественная характеристика весов, как средства измерений, обозначающая степень приближения результата измерения к эталонному значению, которое может быть истинным или ожидаемым в зависимости от определения или соглашения, т.е. точность весов отражает близость погрешности показаний (измерений) весов к нулю и чем меньше значение погрешности показаний, тем точнее средство измерений.

Для весов, используемых для аналитических целей, принято считать, что точность весов удовлетворительна, если при испытании с надлежащей внешней эталонной гирей (гирями) значение массы, установленное

испытываемыми весами, находится в пределах не более 0,10 % от значения массы эталонной гири (гирь).

Точность весов также можно определить с помощью автоматической внутренней калибровки весов с помощью встроенной эталонной гири.

Испытание по определению точности весов следует проводить только по месту их эксплуатации.

Влияние метрологических характеристик на точность. Наиболее существенное влияние на точность весов оказывают такие их характеристики, как повторяемость и чувствительность. Ограничивают точность весов, внося систематические отклонения, линейность и нецентральное нагружение весов. Погрешности таких характеристик, как чувствительность, линейность и нецентральное нагружение мало зависят друг от друга, и считается маловероятным, что они будут происходить одновременно и иметь один и тот же алгебраический знак. Поэтому оценка точности весов посредством арифметического сложения отклонений указанных характеристик рассматривалась бы как достаточно консервативный подход. Установлено, что более реалистичный подход к оценке точности весов обеспечивает квадратичное сложение отклонений (погрешностей) этих отдельных характеристик.

Перераспределяя 50 % бюджета погрешности точности весов на критерии приемлемости для отдельных характеристик можно обеспечить соблюдение допустимой погрешности точности весов. Для этого критерий приемлемости для каждой отдельной характеристики, которая вносит вклад в систематические отклонения точности весов, может быть установлен на уровне погрешности точности весов, деленной на 2, т.е. если допустимая погрешность точности весов установлена как 0,10 %, то для каждого отдельного параметра она может быть установлена на уровне 0,05 %.

Такие критерии приемлемости (50 % от 0,10 %), допускающие максимальное отклонение 0,05 % для чувствительности, линейности и нецентрального нагружения используют, как правило, для определения

точности весов для аналитических целей, предназначенных для «точного взвешивания»; для других случаев – соответствующее требование к погрешности, деленное на 2.

При испытании на повторяемость используют эталонную гирю, масса которой составляет установленный процент от Max (от 50 до 100% Max или около 80% Max). В нижней части диапазона измерений рабочие характеристики весов для аналитических целей ограничены конечным значением повторяемости, и обычно можно пренебречь ограничениями, вызванными систематическими отклонениями. Поэтому весь бюджет погрешности точности весов (0,1%) может быть перенесен на критерий приемлемости для испытания на повторяемость. Поэтому при оценке точности весов для аналитических целей, предназначенных для «точного взвешивания», максимально допустимое отклонение для повторяемости, как правило, не должно превышать 0,1%, в остальных случаях действуют требования, установленные пользователем.

Повторяемость считается удовлетворительной, если удвоенное стандартное отклонение взвешиваемого значения (s), деленное на наименьшую чистую массу (т.е. наименьший вес нетто, которую планируется взвешивать на этих весах), не превышает установленных критериев приемлемости:

$$\text{Повторяемость} = \frac{2 \cdot s}{M \min} \cdot 100 \quad (8)$$

где s - стандартное (среднеквадратичное) отклонение для взвешиваний (не менее 10 раз), в г или мг;

$M \min$ - наименьшая чистая масса образца (наименьший вес нетто), которую планируют взвешивать на этих весах, в г или мг.

Минимальная нагрузка.

Минимальная нагрузка весов (Min) различных классов точности указана в таблице 1; эта метрологическая характеристика показывает, что

взвешивание нагрузок ниже заданного значения на указанных весах приведет к большим относительным погрешностям.

Определение минимальной нагрузки (M_{min}) для конкретных весов для аналитических целей необходимо для того, чтобы предупредить взвешивание образца с получением результата с превышением допустимой погрешности взвешивания.

Минимальная нагрузка M_{min} весов для аналитических целей может быть рассчитана на основании результатов, полученных при определении повторяемости и выражена уравнением:

$$M_{min} = k \cdot \frac{s}{\text{допустимая погрешность взвешивания}} \quad (9)$$

где k - коэффициент охвата (обычно равный 2 или более);
 s - стандартное (среднеквадратичное) отклонение для взвешиваний при определении повторяемости (не менее 10 раз), в г или мг.

Если полученное стандартное отклонение менее $0.41 d$, где d – деление шкалы испытуемых весов, то стандартное отклонение принимают за $0.41 d$. Нижний предел $0.41 d$ для стандартного отклонения связан с погрешностью округления цифрового индикатора взвешивающего прибора, который рассчитывают, исходя из следующих данных.

Операция взвешивания всегда состоит из двух показаний весов – одного до и другого после помещения образца на грузоприемное устройство/снятия с грузоприемного устройства весов, а чистым весом образца считается разница между этими двумя показаниями. Погрешность округления, отнесенная к одному показанию взвешивающего прибора составляет (рассчитывается как) $0.29d$. Для двух индивидуальных погрешностей округления обычно используют квадратичное суммирование, что дает результат $0.41 d$. Тарирование прибора после помещения на

грузоприемное устройство тары не влияет на погрешность округления, поскольку нулевое показание также округляется.

Минимальная нагрузка описывает нижний предел весов, ниже которого допустимая погрешность взвешивания не соблюдается. Приведенное выше уравнение учитывает, что рабочие характеристики весов для аналитических целей в нижней части диапазона измерений ограничены допустимой погрешностью повторяемости.

В случае взвешивания на весах образцов, требующих «точного взвешивания», чтобы повторяемость являлась удовлетворительной, как правило, необходимо, чтобы двукратное стандартное отклонение для результата взвешивания, деленное на целевой наименьший чистый вес (наименьший чистый вес, который пользователи планируют использовать для этих весов), должен быть не более 0,10 %. В этом случае приведенное выше уравнение приобретает вид:

$$M_{min} = 2000 \cdot s \quad (10)$$

Если значение полученного стандартного отклонения (s) меньше $0.41d$, то стандартное отклонение (s) принимают за $0.41d$ и формула приобретет вид:

$$M_{min} = 2000 \cdot 0.41d \quad (11)$$

В других случаях взвешивания на весах для аналитических целей, не требующих «точного взвешивания», значение минимальной нагрузки может варьироваться в зависимости от допустимой погрешности взвешивания и конкретного использования весов.

Чтобы обеспечить допустимую погрешность взвешивания, при взвешивании образцов масса образца (т.е. чистый вес) должна быть не меньше минимальной нагрузки. Понятие «минимальная нагрузка» относится к весу образца, а не к таре или весу брутто.

Факторы, которые могут повлиять на повторяемость при использовании весов, включают:

- рабочие характеристики весов и, как следствие, минимальная нагрузка могут меняться со временем в связи с изменением условий окружающей среды:

- разные операторы могут по-разному выполнять взвешивание на весах, т.е. минимальная нагрузка, установленная разными операторами, может различаться;

- стандартное отклонение конечного числа повторных взвешиваний является лишь оценкой истинного стандартного отклонения, которое неизвестно;

- определение минимальной нагрузки с помощью тестовой гири может не быть полностью репрезентативным для используемой области применения;

- емкость для взвешивания также может влиять на минимальную нагрузку, поскольку ее поверхность взаимодействует с окружающей средой.

По этим причинам, по возможности, взвешивание должно проводиться для масс, превышающих минимальную нагрузку, т.е. целевой наименьший чистый вес, который пользователи планируют использовать для определенных весов, должен превышать минимальную нагрузку.

Требования к взвешиванию

Точность взвешивания. Для взвешивания выбирают подходящие весы с учетом взвешиваемого количества образца и необходимых технических и метрологических характеристик, включая одну из основных - обеспечивающую надлежащую точность взвешивания. Для достижения заданной точности взвешивания необходимо проверить соответствие массы взвешиваемого образца (с учетом массы тары), *Min* и *Max* весов, принять во внимание все возможные погрешности весов, гирь, применяемого метода и методики взвешивания, емкостей для взвешивания, а также исключить или учитывать погрешности, обусловленные влиянием внешних факторов (действием аэростатических, электрических и магнитных сил, колебаниями температуры и влажности воздуха и др.).

При обозначении в общей фармакопейной статье, фармакопейной статье и/или нормативной документации массы образца (навески), которое необходимо взвесить, указывают или подразумевают необходимую точность измерения (степень точности), зависящую от конкретного испытания и расчетов.

Точность измерения обозначают числом десятичных знаков после запятой данного числового значения массы образца. Точность взвешивания должна быть ± 5 единиц после последней указанной цифры; например, навеска 0,25 г должна быть взята в пределах от 0,245 до 0,255 г.

Если при написании массы навески имеется указание «точная навеска», то это означает взвешивание на весах, обеспечивающих заданную точность взвешивания, и использование полученного значения для дальнейших расчетов с необходимой точностью.

Если масса навески обозначена с указанием «около», то отклонение от заданного значения массы навески допускается в пределах $\pm 10\%$ от указанного, но при этом необходимо взвесить навеску вещества с указанной точностью измерения и все расчеты производить с использованием полученного точного количества.

Методы взвешивания. Различают две принципиально различные группы методов взвешивания: метод непосредственной оценки и метод сравнения с мерой. Метод непосредственной оценки заключается в определении массы образца по показывающему устройству весов без применения гирь. При использовании метода сравнения с мерой измеряемую величину сравнивают с величиной, воспроизводимой мерой. Метод сравнения с мерой может использоваться в виде таких разновидностей, как: дифференциальный метод, метод дополнения и метод замещения. В большинстве современных весов, применяемых при испытании лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения, используется дифференциальный метод взвешивания, при котором большая часть измеряемой массы образца (свыше 99 %) уравнивается гирями или

противовесом (это относится к нулевому методу, как разновидности дифференциального), а оставшаяся малая разность между массой взвешиваемого образца и массой гирь измеряется по углу отклонения коромысла от исходного положения равновесия (метод непосредственной оценки) с помощью отсчетных шкал.

Некоторые источники методы взвешивания классифицируют на простое взвешивание – если массу образца принимают равной массе сравниваемых с ним гирь, и на точное взвешивание, когда массу образца вычисляют как сумму значений массы гирь и показаний весов.

Емкости для взвешивания. Выбор подходящих емкостей для взвешивания зависит от физико-химических, токсикологических и других свойств конкретного взвешиваемого образца. Выбранные емкости для взвешивания должны быть чистыми, сухими, изготовленными из инертных материалов.

Суммарная масса емкости для взвешивания и взвешиваемого в ней образца не должна превышать максимальную нагрузку весов. Размер и масса емкости для взвешивания не должны снижать повторяемость и точность весов. Взвешивание с использованием емкостей для взвешивания небольшой массы и поверхности, как правило, приводит к наиболее точным результатам, особенно в случае образцов с небольшой массой. Однако иногда может быть более практичным использование более крупных емкостей для взвешивания, например, мерной колбы в случае образцов, которые необходимо разбавить после взвешивания, чтобы избежать потенциальных ошибок при переносе. При необходимости влияние емкости для взвешивания на повторяемость и точность весов может быть оценено путем включения емкости для взвешивания в качестве предварительной нагрузки при проведении испытаний весов на соответствующие характеристики.

Емкости для взвешивания должны быть получены из материалов, совместимых с взвешиваемыми образцами. Для взвешивания образцов лекарственных средств и материалов для фармацевтического применения

используют емкости из стекла, фарфора, полимерных материалов, алюминия, которые могут быть открытыми (чашки, стекла часовые, лодочки-воронки, колбы, тигли, стаканчики) или закрытые крышками, пробками (бюксы, колбы, тигли). Твердые образцы, обладающие летучими, гигроскопичными свойствами, а также любые жидкие образцы, необходимо взвешивать в емкостях, закрытых притертыми пробками (бюксы, колбы). По возможности закрытые емкости для взвешивания должны быть с небольшим отверстием, чтобы уменьшить потерю массы образца из-за улетучивания или увеличения массы образца в результате сорбции влаги из окружающей среды. Конструкция лодочки-воронки сочетает в себе характеристики чашки для взвешивания и воронки, что помогает переносить взвешенный образец в емкость с узким горлышком, например, в мерную колбу. Для взвешивания твердых образцов не рекомендуется использовать бумагу из-за возможного взаимодействия компонентов бумаги с образцом.

Методики взвешивания. Перед каждым взвешиванием необходимо убедиться в том, что весы установлены на нуль. При необходимости, для исключения ошибки, выполняют тарирование весов.

Для взвешивания «точной навески» образца необходимо использовать весы с необходимой точностью, например, весы аналитические с точностью до 0,0001 г. Возможно предварительное взвешивание образца испытуемого материала на весах с меньшей точностью, например, на весах с точностью до 0,01 г.

Методика 1. Применяют для взвешивания твердых или нелетучих жидких образцов. Емкость для взвешивания помещают на весы и взвешивают, после стабилизации дисплея весов регистрируют значение массы емкости для взвешивания. Затем в емкость для взвешивания помещают образец испытуемого материала в количестве, указанном в фармакопейной статье и/или нормативной документации, после стабилизации весов регистрируют значение массы емкости для взвешивания с образцом. Образец количественно переносят из емкости для взвешивания в

емкость для дальнейшего проведения испытания или приготовления растворов и др. Массу взятой навески образца определяют как разность двух указанных взвешиваний. В случае, если невозможно гарантировать, что образец будет перенесен количественно, емкость снова взвешивают после переноса образца из емкости для взвешивания в емкость для проведения испытаний. В этом случае массу взятой навески образца определяют как разность взвешиваний емкости с образцом и емкости после переноса образца.

Методика 2. Используют для точного взвешивания образцов, представляющих собой эмульсии, мази и другие вязкие вещества, применяя предварительное взвешивание. На весах с меньшей точностью, например, технических, взвешивают вначале подходящую емкость для взвешивания таких образцов, затем в неё помещают испытуемый образец в количестве, немного больше указанного в фармакопейной статье и/или нормативной документации и выполняют предварительное взвешивание емкости с образцом. Затем емкость с образцом переносят на весы для точного взвешивания, например, аналитические, и взвешивают, обращая внимание на чистоту внешней поверхности емкости для взвешивания. После стабилизации весов регистрируют значение массы емкости для взвешивания с образцом и необходимое количество образца переносят в емкость для дальнейшего проведения испытания. Емкость для взвешивания с остатками образца взвешивают на весах с необходимой точностью. Массу перенесенного для анализа образца определяют как разность между двумя взвешиваниями на весах с необходимой точностью.

Методика 3. Эта методика в некоторых источниках называется «методом гравиметрического дозирования», применяемого, как правило, для взвешивания точных навесок при приготовлении испытуемых и/или стандартных растворов. При таком взвешивании вместо емкости для взвешивания используют непосредственно мерную колбу или другую лабораторную посуду, предназначенную для приготовления раствора или проведения испытания. Вначале регистрируют массу лабораторной посуды,

затем массу лабораторной посуды с образцом, который прибавляют во взвешенную лабораторную посуду с помощью соответствующих дозирующих устройств.

Меры предосторожности при взвешивании. Взвешивание на весах неавтоматического действия предполагает обязательное присутствие при этом процессе оператора, который может быть подвергнут неблагоприятному и даже опасному воздействию взвешиваемых веществ, обладающих опасными, токсическими, едкими, биологически опасными и т.п. свойствами. Поэтому прежде чем взвешивать образец вещества, необходимо ознакомиться с его свойствами и, если необходимо, определить и выполнять меры предосторожности при взвешивании этого вещества.

Работу с веществами, обладающими опасными, токсичными (возможно, аллергенными) и т.п. свойствами, которыми могут являться жидкости или твердые мелкодисперсные частицы, необходимо осуществлять в условиях надлежащего воздухообмена, фильтрации воздуха. Взвешивание стерильных или биологически опасных образцов должно осуществляться в ламинарном боксе, боксе биологической безопасности, изоляторе или аналогичном защитном устройстве. Так как поток воздуха в системе воздухообмена потенциально может привести к нестабильности весов, поэтому после установки весов под вытяжной системой необходимо определить приемлемость характеристик функционирования весов в данных условиях окружающей среды.

При взвешивании опасных веществ оператор должен использовать маску, закрывающую нос и рот, чтобы предотвратить вдыхание вещества, а также перчатки, чтобы предотвратить контакт вещества с кожей. Использование перчаток рекомендуется при работе с любыми химическими веществами. Если оператор дотрагивается до взвешиваемой емкости, то перчатки нужны не только для защиты рук, но и для предотвращения попадания влаги и масел на емкость для взвешивания.

Многие химические вещества могут оказать неблагоприятное воздействие не только на оператора, но и вызвать коррозию весов, особенно при неосторожном их взвешивании и попадании вещества на грузоприемное устройство или внутрь корпуса весов. Взвешивание таких веществ должно осуществляться в герметичных емкостях.

Должны быть предусмотрены меры по предотвращению воздействия на процесс взвешивания неблагоприятных факторов окружающей среды: аэростатических, электрических и магнитных сил, колебаний температуры и влажности воздуха и др.

Уход за весами

Необходимо содержать весы, весовую камеру, грузоприемное устройство весов в чистоте и для взвешивания использовать только чистые емкости. Если показания на дисплее весов становятся нестабильными и колеблются в ту или другую сторону, или на дисплее отображаются ошибочные показания, то в большинстве случаев это связано с нежелательным воздействием физических факторов. Самыми распространенными причинами являются: неверное расположение весов, неправильное обращение с образцом, сорбция или десорбция влаги образцом, намагничивание образцов или емкостей для взвешивания, электростатический заряд образцов или емкостей для взвешивания. Для устранения подобных проблем должны быть приняты корректирующие меры.

Влияние температуры. Если показания весов постоянно отклоняются в одну сторону, то это может быть связано с разными температурами окружающей среды и взвешиваемым образцом. Разница температур вызывает возникновение потоков воздуха вдоль образца и стенок емкости для взвешивания, которые создают восходящую или нисходящую силу, искажающую результат взвешивания. В случае с теплыми образцами, кажущаяся масса взвешиваемого образца меньше истинной из-за конвекции тепла. Например, колба, которая теплее окружающего воздуха, нагревает

этот воздух, который затем поднимается вверх вдоль колбы и уменьшает кажущуюся массу взвешиваемого образца (содержимого) за счет вязкого трения. Проявляется эффект, называемый динамической выталкивающей силой (динамической плавучестью): холодный объект кажется тяжелее, теплый - легче. Он проявляет себя до тех пор, пока не будет достигнуто равновесие температур.

Для предупреждения и устранения проблемы необходимо выполнять следующие рекомендации:

- для переноса образцов использовать пинцет, предназначенный для этого;

- не погружать кисть руки внутрь шкафа и не дотрагиваться руками до внутренней поверхности камеры взвешивания;

- использовать емкости для взвешивания с наименьшими размерами;

- никогда не взвешивать образцы, которые только что извлечены из холодильника или сушильного шкафа;

- обязательно дождаться выравнивания температур весов и окружающей среды перед взвешиванием.

Влияние влаги (поглощение или испарение). Если при взвешивании наблюдается постепенное медленное повышение или уменьшение массы взвешиваемого образца, то это может быть связано с влиянием влаги окружающей среды. При взвешивании в случае испарения влаги происходит измерение потери массы воды или массы летучих веществ, в случае поглощения влаги, происходит измерение увеличения массы гигроскопических образцов. Для предупреждения такого эффекта необходимо использовать для взвешивания чистые, сухие, закрытые емкости, желательно, с узкой горловиной, а также не допускать загрязнений грузоприемного устройства весов или попаданий капель воды на него.

Влияние электростатики. Не совпадают результаты взвешивания одного и того же образца, показания дисплея весов нестабильны, плохие результаты испытания на повторяемость. Это может быть связано с

накоплением электрического заряда емкостью для взвешивания или образцом. Материалы с низкой электропроводностью, например, стекло, полимеры, порошковые и гранулированные вещества, могут накапливать и удерживать электростатический заряд в течение нескольких часов. Это происходит в основном при трении в процессе производства или транспортирования материалов. Сухие тонкоизмельченные порошки могут быть заряжены статическим электричеством, из-за которого порошок может либо притягиваться к емкости для взвешивания из материала-диэлектрика или весам, либо отталкиваться от них, приводя к ошибкам в измерении массы веса и потери образца во время переноса. При относительной влажности менее 40 % проявляется плохая поверхностная проводимость, в связи с чем вероятность возникновения эффекта электростатики повышается, усиливается статический заряд. Ошибки при взвешивании возникают вследствие взаимодействия между окружающей средой и образцом, которое происходит по законам физики: одинаково заряженные предметы отталкиваются, в случае разных потенциалов они взаимно притягиваются. Эти взаимодействия фиксируются весами и приводят к проблемам при взвешивании. В определенных условиях статический заряд при взвешивании возникает из-за ткани, из которой сшита одежда или защитные перчатки оператора.

Для снятия электростатического заряда применяют следующие корректирующие меры:

- повышение относительной влажности в помещении, где установлены весы. Влияние электростатики особенно проявляется в холодное время года в отапливаемых помещениях. Для взвешивания оптимальной считается относительная влажность воздуха в помещении 45-60 %;

- подобрать емкость для взвешивания из другого материала, учитывая, что полимеры плохо проводят электричество, стекло- лучше, металл -лучше всего. Поэтому лучше использовать металлические емкости или устанавливать емкость для взвешивания в металлический контейнер;

- весы и стол для установки весов должны быть заземлены;
- одежда и защитные перчатки оператора должны быть антистатическими;
- при возможности использовать антистатические блюда для взвешивания, антистатические пистолеты и антистатические экраны с учетом их эффективности для конкретных материалов;
- при возможности, использовать весы со встроенным антистатическим устройством. В таких устройствах могут применяться пьезоэлектрические компоненты или очень небольшое количество радиоактивного вещества (как правило, полония) для генерации потока ионов, которые рассеивают статический заряд при прохождении над взвешиваемым образцом;

Влияние магнетизма. Если при взвешивании на надлежаще установленных и настроенных весах масса взвешиваемого образца изменяется в зависимости от его местоположения на чаше весов, то есть, плохая повторяемость результатов взвешивания, то причина может заключаться в том, что взвешивают магнитный материал, который реагирует на наличие рядом находящихся металлических деталей. Возникающие при этом силы магнетизма интерпретируются весами неверно, то есть, как нагрузка. Практически все предметы, изготовленные из железа (стали), отличаются сильной магнитной проницаемостью (ферромагнетизмом). Для устранения этого воздействия необходимо по возможности нейтрализовать магнитные силы, проведя размагничивание образца, имеющего в своем составе частицы железа, стали и т.д. Так как магнитная сила уменьшается с увеличением расстояния, то нужно образец как можно дальше удалить от грузоприемного устройства весов, например, используя подставки из диэлектрических, немагнитных материалов (стеклянный стакан, алюминиевый штатив); можно воспользоваться специальными устройствами весов для взвешивания под весами или весами, имеющими антимагнитную чашку и др.