ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.1.0033

Вводится впервые

МЕТОД ПАРОВОЙ ОСМОМЕТРИИ

Общая фармакопейная статья распространяется на определение осмоляльности методом паровой осмометрии. Понятие осмоляльности и криоскопический метод её определения приведены в *ОФС «Осмоляльность и осмолярность»*.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод паровой осмометрии основан на измерении понижения температуры точки росы испытуемого раствора. Понижение температуры точки росы представляет собой разницу между температурой точки росы для воздуха, находящегося в равновесии с чистой водой, и температурой точки росы для воздуха, находящегося в равновесии с испытуемым образцом. Эта разница пропорциональна осмоляльности раствора. Приборы для измерения понижения точки росы (паровые осмометры) определяют осмоляльность при температуре окружающей среды.

При изменении температуры могут происходить существенные изменения растворимости, сольватации и ионизации растворённых веществ, что приводит к температурной зависимости коэффициентов активности и осмотических коэффициентов. Указанные факторы могут приводить к существенным различиям в результатах определения осмоляльности, полученных с помощью разных типов осмометров для одних и тех же испытуемых растворов. Таким образом, при использовании разных типов осмометров может потребоваться сравнение их результатов в соответствии с *ОФС «Применение испытания на осмоляльность».*

Летучие растворённые вещества (например, этанол) испаряются в процессе измерения на паровых осмометрах, что приводит к ошибочным

ПРОЕКТ

значениям. Для измерения осмоляльности растворов, содержащих летучие растворённые вещества, необходимо использовать другие методы.

1.1 Принцип работы парового осмометра

Паровые осмометры используют гигрометрические измерения (понижение температуры точки росы) для определения активности воды. Данные приборы требуют меньшего объёма образца по сравнению с криоскопическими (обычно от 5 мкл до 20 мкл).

Гигрометрическая методика основана на измерении температуры смоченного спая термопары в герметичной камере, содержащей образец. С помощью эффекта Пельтье на термопару подают ток, охлаждающий её ниже температуры точки росы, что приводит к конденсации воды из воздуха камеры на этом спае. По мере конденсации воды температура термопары асимптотически повышается по направлению к точке росы. Когда температура термопары достигает точки росы, конденсация прекращается, что приводит к стабилизации температуры.

В некоторых приборах испытуемый раствор с помощью пипетки наносят на небольшой бумажный диск, не содержащий растворённых веществ, который затем помещают в измерительную камеру, содержащую термопарный гигрометр. В других приборах раствор испытывают в виде капли на конце микропипетки, введённой в камеру, содержащую термопарный гигрометр.

2. ПРОЦЕДУРА

2.1. Калибровка

Калибровку осмометра проводят в соответствии с инструкцией производителя, используя стандартные растворы, приготовленные в соответствии с требованиями раздела *Растворы для калибровки ОФС «Осмоляльность и осмолярность»*, или готовые сертифицированные растворы. Допускается использование других концентраций, не приведённых в *таблице 1* данной ОФС.

ПРОЕКТ

При использовании готовых растворов следуют инструкции производителя по сроку годности и применению. Готовые растворы обычно поставляют в одноразовых ампулах и утилизируют после использования.

Производители паровых осмометров, как правило, предусматривают калибровку своих приборов с использованием тех же стандартных растворов, что и для криоскопических приборов. Если производителем прибора не указано иное, указанное значение для стандартного раствора считают таким же, как и для криоскопических приборов.

2.2. Проверка калибровки

Проверку калибровки выполняют в день использования прибора. Проверку калибровки проводят тем же способом, которым будут выполняться измерения образцов. Если в соответствии с принятой методикой результат представляют как единичное измерение, проверку калибровки выполняют с одним измерением стандартного раствора. Если результат представляют как среднее значение нескольких измерений (например, трёх), проверку калибровки выполняют со средним значением такого же количества измерений стандартного раствора.

Используют калибровочные растворы, указанные в инструкции производителя, или эквивалентные растворы. Если калибровочные растворы не указаны, используют один или несколько растворов из *таблицы 1* раздела «*Растворы для калибровки*» *ОФС «Осмоляльность и осмолярность»*.

Проверку калибровки проводят одним из двух следующих вариантов:

– одним раствором – используют раствор с осмоляльностью, близкой к центру ожидаемого диапазона осмоляльности для испытуемых образцов;

– двумя растворами – используют один раствор с осмоляльностью, близкой к нижней границе ожидаемого диапазона, и другой с осмоляльностью, близкой к верхней границе ожидаемого диапазона.

Пример выбора растворов для проверки калибровки приведен в таблице 1.

ПРОЕКТ

Таблица 1 – Пример выбора растворов для проверки калибровки

Диапазон осмоляльности образца	Проверка с одним раствором	Проверка с двумя растворами
280– 320 мОсмоль/кг (центральное значение 300 мОсмоль/кг)	Выбирают один раствор из диапазона 280–320 мОсмоль/кг (например, 290 мОсмоль/кг)	Выбирают один раствор из диапазона 0– 280 мОсмоль/кг (например, 100 мОсмоль/кг) и один раствор из диапазона 320– 600 мОсмоль/кг (например, 500 мОсмоль/кг)

Критерии приемлемости для проверки калибровки: показания прибора должны находиться в пределах ± 4 мОсмоль/кг от указанного значения для растворов ≤ 400 мОсмоль/кг и в пределах ± 1 % от указанного значения для растворов > 400 мОсмоль/кг.

Если прибор не соответствует критериям приемлемости, следуют рекомендациям производителя по устранению неисправностей, а затем повторяют проверку калибровки. После успешной проверки прибор готов к использованию.

В зависимости от частоты использования прибора калибровку следует проводить периодически или перед испытанием образцов для обеспечения надлежащей работы прибора и точности измерений.

2.3. Измерение

Прибор подготавливают к измерению в соответствии с инструкцией производителя.

Убеждаются, что образец уравновешен до температуры помещения, в котором проводят измерение. Прибор должен быть включён не менее чем за 30 мин до измерения для полной стабилизации температуры. Проверяют, что калибровка прибора охватывает ожидаемый диапазон осмоляльности испытуемого раствора. При необходимости проводят новую калибровку.

ПРОЕКТ

Ежедневно перед началом измерений проводят проверку калибровки прибора в соответствии с разделом 2.2.

Если образец дозируют с помощью пипетки, используют калиброванную пипетку для внесения указанного объёма жидкости в измерительную камеру. Для обеспечения воспроизводимости результатов процедура внесения образца. Процедура и временной режим внесения образца должны быть эквивалентны тем, которые использовались при калибровке прибора.

При однократном измерении результат представляют с точностью, определяемой повторяемостью прибора. Предпочтительно проводить не менее трёх измерений и представлять среднее арифметическое со стандартным отклонением. Большинство осмометров выдают результат с точностью до целого числа; среднее значение также округляют до целого числа и выражают в мОсмоль/кг.

ПРОЕКТ