**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Метод сжигания в колбе с кислородом** |  | **ОФС.1.2.3.0010** |
|  |  | **Взамен ОФС.1.2.3.0010.15** |

|  |
| --- |
|  |

Метод сжигания в колбе с кислородом применяется в качестве способа пробоподготовки для последующего определения содержания брома, йода, фтора, хлора, серы, селена и фосфора в лекарственных средствах и упаковочных материалах для лекарственных средств.

Принцип метода состоит в разрушении органических веществ сжиганием в атмосфере кислорода, растворении образующихся продуктов сгорания в поглощающей жидкости с последующим определением элементов, находящихся в растворе в виде ионов.

Оборудование

При проведении работы необходимо надеть защитные очки, колбу поместить в предохранительный чехол, установить защитный экран. Колба для сжигания должна быть тщательно вымыта и свободна от следов органических веществ и растворителей.

Для определения используют коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 500–1000 мл со шлифом. В притёртую стеклянную пробку колбы впаяна нихромовая, платиновая или платино-иридиевая проволока диаметром 0,7–0,8 мм, заканчивающаяся изготовленной из того же материала корзиночкой или спиралью (держатель образца) на расстоянии 1,5–2,0 см от дна колбы (рис. 1).



Рисунок 1 – Колба для сжигания в атмосфере кислорода

Методика

Помещают 0,05 г (точная навеска) тонкоизмельчённого образца испытуемого вещества или другое количество, указанное в фармакопейной статье, в центр фильтровальной бумаги, не содержащей галогенидов, размером около 30×40 мм, с выступающей узкой полоской шириной 10 мм и длиной 30 мм. Заворачивают в виде пакетика, оставляя узкую
полоску (рис. 2).



Рисунок 2 – Фильтровальная бумага для приготовления пакетика

При исследовании жидкости навеску помещают в капилляр, заплавленный парафином, или в капсулу (полиэтиленовую, из нитроплёнки или метилцеллюлозы). Для жидкостей возможно применение двойного бумажного пакетика, а при исследовании жидких образцов объёмом не более 200 мкл можно использовать капсулы из поликарбоната.

При проверке мазеобразных веществ применяют капсулу (вместимостью не более 200 мкл) из нитроплёнки или пакетик из вощёной жиронепроницаемой бумаги. Капсулу или пакетик заворачивают в фильтровальную бумагу, как указано выше. Если при проведении определения требуется, чтобы фильтровальная бумага была пропитана лития карбонатом, следует увлажнить центр бумаги насыщенным раствором лития карбоната и высушить её перед применением при 100–105 ºС.

При исследовании твёрдых и мазеобразных веществ, сгорающих со вспышкой, к навеске прибавляют 3–5 мг парафина.

Подготовленную пробу в пакетике из фильтровальной бумаги помещают в держатель образца. В колбу для сжигания наливают воду или другую поглощающую жидкость, указанную в фармакопейной статье, увлажняют горло колбы водой и пропускают в течение 3–5 мин ток кислорода через трубку, конец которой находится выше уровня жидкости. Осторожно поджигают узкий конец свободной полоски фильтровальной бумаги и немедленно плотно закрывают колбу пробкой, смоченной водой. Во время сжигания следует придерживать пробку рукой.

По окончании сжигания содержимое колбы встряхивают и оставляют на 30–60 мин при периодическом перемешивании. Стенки колбы, держатель образца и пробку промывают водой, промывные воды присоединяют к основному раствору и проводят определение элемента методом, указанным в фармакопейной статье.

Параллельно проводят контрольный опыт.

Определение хлора и брома

Сжигают точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 20 мл водорода пероксида раствора 6 %. Стенки колбы и держатель образца обмывают 40 мл воды, прибавляют 0,25 мл бромфенолового синего раствора спиртового 0,1 % и нейтрализуют по каплям натрия гидроксида раствором 0,1 М до перехода жёлтой окраски в синюю. Прибавляют 1 мл азотной кислоты раствора 0,3 %, 0,25 мл дифенилкарбазона раствора спиртового 1 % и титруют ртути(II) нитрата раствором 0,01 М до перехода жёлтой окраски в светло-фиолетовую.

1 мл ртути(II) нитрата раствора 0,01 М соответствует 0,709 мг хлора или 1,598 мг брома.

Определение йода

Сжигают точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, как описано выше, поглощая продукты сжигания 10 мл натрия гидроксида раствора 0,2 М. Пробку, держатель образца и стенки колбы обмывают 25 мл калия ацетата раствора 10 % в уксусной кислоте ледяной, к которому предварительно прибавляют 0,75 мл брома, затем тщательно промывают 40 мл воды, прибавляют по каплям муравьиную кислоту безводную 85 % до обесцвечивания раствора, 20 мл серной кислоты раствора 0,025 М, 0,5 г калия йодида и выдерживают в тёмном месте в течение 5 мин. Выделившийся йод титруют натрия тиосульфата раствором 0,1 М (индикатор – 0,5 мл крахмала раствор 1 %).

1 мл натрия тиосульфата раствора 0,1 М соответствует 2,116 мг йода.

Определение фтора

Определение проводят в соответствии с ОФС «Определение фтора».

Определение серы

Сжигают точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 15 мл водорода пероксида раствора 6 %. Держатель образца и стенки колбы обмывают 20 мл воды и упаривают содержимое колбы до 4–5 мл. К охлаждённому раствору прибавляют 2 мл уксусной кислоты разведённой 30 %, 20 мл спирта 96 %, 0,1 мл водного метиленового синего раствора 0,02 % и нафтарзона раствора 0,2 %, и титруют бария нитрата раствором 0,01 М до перехода жёлто-зелёной окраски в розовую.

1 мл бария нитрата раствора 0,01 М соответствует 0,321 мг серы.

Определение фосфора

Сжигают точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 1 мл серной кислоты раствора 0,05 М. Определение фосфора проводят в соответствии с ОФС «Спектрофотометрическое определение фосфора».

Определение селена

Определение селена проводят в соответствии с ОФС «Селен».