**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Селен** |  | **ОФС.1.2.2.2.0006** |
|  |  | **Взамен ОФС.1.2.2.2.0006.15** |

|  |
| --- |
|  |

Методы определения селена основаны на использовании спектрофотометрии (метод 1), атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (метод 2) и качественной реакции (метод 3).

Испытание применяют для полуколичественного (методы 1, 2) и качественного (метод 3) определения селена.

**Метод 1**

*Испытуемый раствор*. В колбу для сжигания с кислородом вместимостью 1000 мл помещают от 0,1 г до 0,2 г (точная навеска) испытуемого вещества, если не указано иначе в фармакопейной статье, 25 мл смеси азотная кислота концентрированная—вода 1:30 и проводят сжигание (ОФС «Метод сжигания в колбе с кислородом»). Для веществ, сгорающих не полностью и образующих сажу, рекомендуется прибавление магния оксида, что должно быть указано в фармакопейной статье. После завершения сжигания пробку, держатель образца и стенки колбы промывают 10 мл воды. Раствор переносят с помощью 20 мл воды в стакан вместимостью 150 мл и осторожно нагревают до кипения. Кипятят в течение 10 мин и оставляют при комнатной температуре до охлаждения.

*Эталонный раствор*. В химический стакан вместимостью 150 мл помещают 6 мл селена стандартного раствора 1 мкг/мл, прибавляют 25 мл смеси азотная кислота концентрированная—вода 1:30 и 25 мл воды.

*Раствор 2,3-диаминонафталина.* Растворяют 0,1 г 2,3-диаминонафталина и 0,5 г гидроксиламина гидрохлорида в 100 мл хлористоводородной кислоты раствора 0,1 М. Раствор используют свежеприготовленным.

*Контрольный раствор*. К 25 мл смеси азотная кислота концентрированная—вода 1:30 прибавляют 25 мл воды и перемешивают.

К испытуемому, эталонному и контрольному растворам прибавляют смесь аммиака раствор концентрированный—вода 1:2 до рН 2,0. Растворы разбавляют водой до объёма 60 мл и переносят в защищённые от света делительные воронки с помощью 10 мл воды. Прибавляют по 0,2 г гидроксиламина гидрохлорида, закрывают пробками и встряхивают до растворения. Сразу после растворения прибавляют по 5 мл раствора 2,3-диаминонафталина, закрывают пробками и снова встряхивают. Оставляют на 100 мин, затем прибавляют по 5 мл циклогексана, энергично встряхивают в течение 2 мин и выдерживают до разделения слоёв.

Водные слои отбрасывают, циклогексановые извлечения центрифугируют для удаления диспергированной воды. Измеряют оптические плотности циклогексановых извлечений испытуемого и эталонного растворов в кювете с толщиной слоя 1 см в максимуме поглощения при длине волны 380 нм, используя циклогексановое извлечение контрольного раствора в качестве раствора сравнения.

Оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать оптическую плотность эталонного раствора при навеске испытуемого вещества 0,2 г. При проведении испытания с 0,1 г испытуемого образца оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать половину оптической плотности эталонного раствора.

**Метод 2**

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 50,0 мл раствора испытуемого образца, приготовленного как указано в фармакопейной статье, прибавляют 1,5 мл азотной кислоты концентрированной и доводят объём раствором испытуемого образца до метки.

*Эталонный раствор*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10,0 мл селена стандартного раствора 1 мкг/мл и доводят объём азотной кислоты 0,3 М раствором до метки.

*Контрольный раствор*. Азотной кислоты 0,3 М раствор.

Проводят измерение атомной эмиссии эталонного и испытуемого растворов при длине волны 203,96 нм по сравнению с контрольным раствором.

Величина атомной эмиссии испытуемого раствора не должна превышать величину атомной эмиссии эталонного раствора.

**Метод 3**

В химический стакан помещают указанное в фармакопейной статье количество испытуемого образца, прибавляют 20 мл аммиака раствора 10 %, нагревают на водяной бане до температуры 35–40 °С и выдерживают в течение 30 мин при той же температуре, часто взбалтывая, после охлаждения фильтруют. Фильтрат выпаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют 1 мл азотной кислоты, вновь выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 6 мл хлористоводородной кислоты разведённой 8,3 %. К 3 мл полученного раствора прибавляют 5 мл натрия гипофосфита раствора и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 15 мин; не должно быть покраснения раствора.