МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Ксенон** |  | **ФС.2.2.0050** |
| **Ксенон** |  |  |
| **Xenonum** |  | **Вводится впервые** |

|  |
| --- |
|  |

|  |  |
| --- | --- |
| Xe | А.м. 131,29 |
| [7440-63-3] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Ксенон, газ сжиженный или сжатый.

Содержит не менее 99,99 % (о/о) ксенона.

Отбор проб. Отбор проб сжатого газа для испытаний производят из вертикально расположенного баллона по достижении им температуры помещения, в котором производится анализ.

Пробу ксенона из баллона отбирают в прибор для анализа или в пробоотборник специальной конструкции, предназначенный для отбора газов, при помощи редуктора или вентиля тонкой регулировки и соединительной трубки от точки отбора пробы до прибора или пробоотборника. Соединительную трубку и пробоотборник продувают не менее чем 10-кратным объёмом испытуемого образца.

При определении объёмной доли водяных паров должна использоваться соединительная трубка из коррозионностойкой стали внутренним диаметром не более 4 мм, предварительно высушенная или прокалённая.

СВОЙСТВА

**Описание.** Бесцветный газ без запаха. Не воспламеняется, не поддерживает горение.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*Газовая хроматография (ГХ).* Время удерживания основного пика на хроматограмме испытуемого образца должно соответствовать времени удерживания пика ксенона на хроматограмме стандартного образца ксенона.

Определение проводят по методике 1 или 2.

***Методика 1***

*Стандартный образец ксенона:* эталонная смесь, содержащая азот, кислород, криптон, ксенон, метан и углерода диоксид.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 3 м × 2 мм, сополимер этилвинилбензол-дивинилбензола, 125–250 мкм; |
| Детектор | гелиеворазрядный; |
| Газ-носитель | гелий ≥ 99,9999 % (о/о); |
| Скорость потока | 30 мл/мин; |
| Температура | колонка | 30 °С; |
| детектор | 120 °С; |
| Объём пробы | 2 мл; |
| Время хроматографирования | 60 мин. |

Хроматографируют стандартный образец ксенона и испытуемый образец.

*Порядок выхода пиков*: азот, кислород, криптон, метан, углерода диоксид, ксенон.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме эталонной смеси *относительное стандартное отклонение* времени удерживания каждого пика должно быть не более 2 % (6 введений).

***Методика 2***

*Стандартный образец ксенона:* эталонная смесь, содержащая азот, криптон, ксенон, метан и углерода диоксид, гексафторэтан и тетрафторметан.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 9 м × 3,2 мм, Этилстирол, дивинилбензол 200–300 мкм |
| Детектор | гелиеворазрядный; |
| Газ-носитель | гелий ≥ 99,9999 % (о/о); |
| Скорость потока | 15 мл/мин; |
| Объём пробы | 1 мл |
| Температура | колонка | 40 °С; |
| детектор | 60 °С; |
| Время хроматографирования | 120 мин. |

Хроматографируют стандартный образец ксенона и испытуемый образец.

*Порядок выхода пиков*: азот, тетрафторметан, метан, криптон, углерода диоксид, гексафторэтан, ксенон.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме эталонной смеси *относительное стандартное отклонение* времени удерживания каждого пика должно быть не более 2 % (6 введений).

ИСПЫТАНИЯ

**Углерода диоксид.** Не более 0,000004 % (о/о, 0,04 ppm).

Определение проводят методом ГХ (ОФС «Газовая хроматография», рис. 1).



Рисунок 1 – Схема устройства газового хроматографа

для анализа газообразных проб

1 – испытуемый газ; 2 – регулятор давления; 3 – реометр; 4 –кран-дозатор;

5 –дозирующая петля; 6 –колонка с термостатом; 7 – детектор;

8 – газ-носитель с системой регулирования потока газа; 9 – фильтр-осушитель;

10 – делитель потока газа; 11 – система сбора данных.

*Стандартный образец углерода диоксида.* Смесь, содержащая 0,04 ppm (о/о) углерода диоксида.

*Хроматографические условия*

Определение проводят по методике 1 или 2.

***Методика 1***

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 3 м × 2 мм, сополимер этилвинилбензол-дивинилбензола, 125–250 мкм; |
| Детектор | гелий-разрядный; |
| Газ-носитель | гелий ≥ 99,9999 % (о/о); |
| Скорость потока | 30 мл/мин; |
| Температура | колонка | 30 °С; |
| детектор | 120 °С; |
| Объём пробы | 2 мл; |
| Время хроматографирования | 5 мин. |

***Методика 2***

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 9 м × 3,2 мм, сополимер стирол-дивинилбензола, 200–300 мкм; |
| Детектор | гелий-разрядный; |
| Газ-носитель | гелий ≥ 99,9999 % (о/о); |
| Скорость потока | 15 мл/мин; |
| Температура | колонка | 40 °С; |
| детектор | 60 °С; |
| Объём пробы | 1 мл; |
| Время хроматографирования | 120 мин. |

Хроматографируют (методики 1 и 2) стандартный образец углерода диоксида и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца углерода диоксида:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика углерода диоксида должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика углерода диоксида должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание углерода диоксида в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Метан.** Не более 0,000001 % о/о (0,01 ppm).

Определение проводят методом ГХ одновременно с испытанием «Углерода диоксид» по методике 1 или 2 со следующими изменениями.

*Стандартный образец метана.* Смесь, содержащая 0,01 ppm (о/о) метана.

Хроматографируют стандартный образец метана и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца метана:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика метана должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика метана должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание метана в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Азот**. Не более 0,000016 % о/о (0,16 ppm).

Определение проводят методом ГХ одновременно с испытанием «Углерода диоксид» по методике 1 или 2 со следующими изменениями.

*Стандартный образец азота.* Смесь, содержащая 0,16 ppm (о/о) азота.

Хроматографируют стандартный образец азота и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца азота:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика азота должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика азота должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание азота в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Кислород**. Не более 0,00001 % о/о (0,1 ppm).

Определение проводят методом ГХ по одной из представленных методик.

***Методика 1***

Определение проводят методом ГХ одновременно с испытанием «Углерода диоксид» по методике 1 со следующими изменениями.

*Стандартный образец кислорода.* Смесь, содержащая 0,1 ppm (о/о) кислорода.

Хроматографируют стандартный образец кислорода и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца кислорода:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика кислорода должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика кислорода должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание кислорода в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

***Методика 2***

*Стандартный образец кислорода.* Поверочная газовая смесь, содержащая 0,1 ppm (о/о) кислорода.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 6 м × 3 мм, молекулярное сито, 200–300 мкм, размер пор – 5 Ǻ; |
| Детектор | гелиеворазрядный; |
| Газ-носитель | гелий ≥ 99,9999 % (о/о); |
| Скорость потока | 15 мл/мин; |
| Объём пробы | 1 мл; |
| Температура | колонка | 60 °С; |
| детектор | 80 °С; |
| Время хроматографирования | 120 мин. |

Хроматографируют стандартный образец кислорода и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца кислорода:

- относительное стандартное отклонение площади пика кислорода должно быть не более 10 % (6 введений);

- относительное стандартное отклонение времени удерживания пика кислорода должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание кислорода в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Криптон**. Не более 0,000055 % о/о (0,55 ppm).

Определение проводят методом ГХ одновременно с испытанием «Углерода диоксид» по методике 1 или 2 со следующими изменениями.

*Стандартный образец криптона.* Смесь, содержащая 0,55 ppm (о/о) криптона.

Хроматографируют стандартный образец криптона и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца криптона:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика криптона должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика криптона должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание криптона в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Гексафторэтан и тетрафторметан**. Не более 0,02 ppm о/о (0,000002 %) для каждого. Определение проводят одним из представленных методов.

***ИК-спектрометрия (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»)***

Инфракрасный анализатор для газов, как правило, состоит из источника широкополосного инфракрасного излучения, оптического устройства, ячейки (камеры) для образца, детектора, а в некоторых анализаторах – ячейки сравнения. Оптическое устройство может располагаться как до, так и после ячейки с образцом. Оно состоит из одного или нескольких оптических фильтров, через которые пропускается широкополосное излучение. Выбирается оптическое устройство, пригодное для определения гексафторэтана и тетрафторметана. Измеряемый световой пучок проходит через ячейку для образца, а в некоторых анализаторах и через ячейку сравнения. При наличии примеси в ячейке с образцом происходит поглощение энергии измеряемого светового пучка в соответствии с законом Ламберта-Бера, что приводит к изменению сигнала детектора. Этот измерительный сигнал сравнивается с эталонным сигналом, в результате чего формируется выходной сигнал, зависящий от концентрации примеси. Для определения содержания примеси полученный сигнал линеаризуется.

*Испытуемый образец* подают на вход газовой камеры прибора непосредственно с баллона редуктора, откачивают газовую камеру до остаточного давления 0,1 мм. рт. ст., подключают баллон с анализируемым газом и наполняют камеру до атмосферного давления.

Регистрируют ИК-спектр смеси, содержащей гексафторэтан и тетрафторметан при 1246–1248 см−1 и 1284–1286 см−1 соответственно.

Калибруют аппаратуру и устанавливают подходящую чувствительность. Содержание гексафторэтана и тетрафторметана в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта по формуле:

$$C\_{1}= \frac{S\_{1}∙C\_{0}}{S\_{0}} ,$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S*1и *S*0 | – | средние значения площадей пиков на хроматограммах испытуемого и стандартного растворов соответственно; |
|  | *С*1и *С*0 | – | концентрации определяемого вещества в испытуемом и стандартном растворах соответственно. |

***Газовая хроматография* *(ОФС «Газовая хроматография»)***

Определение проводят методом газовой хроматографии в условиях испытания «Углерода диоксид» по методике 2 со следующими изменениями.

*Стандартный образец гексафторэтана и тетрафторметана.* Смесь, содержащая по 0,02 ppm (о/о) гексафторэтана и тетрафторметана.

Хроматографируют стандартный образец гексафторэтана и тетрафторметана и испытуемый образец.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца гексафторэтана и тетрафторметана:

- *относительное стандартное отклонение* площади пика гексафторэтана должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* площади пика тетрафторметана должно быть не более 10 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика гексафторэтана должно быть не более 2 % (6 введений);

- *относительное стандартное отклонение* времени удерживания пика тетрафторметана должно быть не более 2 % (6 введений).

Содержание гексафторэтана и тетрафторметана в испытуемом образце в объёмных процентах вычисляют согласно методу внешнего стандарта (ОФС «Хроматография»).

**Вода.** Не более 0,009 % о/о (90 ppm). Определение проводят в соответствии с ОФС «Вода в газах медицинских**»** (метод 2 или 3).

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят расчётным методом.

Содержание ксенона в образце в объёмных процентах ($X$) вычисляют по формуле:

$$X=100-\frac{( \sum\_{}^{}X\_{i}+X\_{W})∙100}{1 000 000} ,$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где |  | – | суммарное содержание примесей углерода диоксида, метана, азота, кислорода, криптона, гексафторэтана и тетрафторметана, ppm;  |
|  | $$X\_{W}$$ | – | вода, ppm. |

ХРАНЕНИЕ

В соответствии с ОФС «Газы медицинские», в сжиженном или сжатом виде.