МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Гелий** |  | **ФС.2.2.0049** |
| **Гелий** |  |  |
| **Helium** |  | **Вводится впервые** |

|  |
| --- |
|  |

|  |  |
| --- | --- |
| He | А.м. 4,00 |
| [7440-59-7] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Гелий, газ сжиженный или сжатый.

Содержит не менее 99,98 % (о/о) гелия.

Отбор проб. Сжиженный газ предварительно переводят в газообразное состояние. Отбор проб сжатого газа производят из вертикально расположенного баллона по достижении им температуры помещения, в котором производится анализ.

Пробу гелия 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 с 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 гелия на хроматограмме стандартного образца гелия (раздел «Количественное определение»).

ИСПЫТАНИЯ

**Углерода монооксид.** Не более 0,001 % о/о (10 ppm).

Определение проводят одним из методов 2, 3 или 5 ОФС «Примеси углерода диоксида и углерода оксида в газах медицинских».

***ИК-спектрометрия****.* Определение проводят методом ИК-спектрометрии (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»).

*Стандартный газ А (для калибровки нуля).* Азот газообразный особой чистоты (с объёмной долей азота не менее 99,999 % и объёмной долей кислорода не более 0,0005 %).

*Стандартный газ Б.* Смесь (эталонный газ) с содержанием углерода монооксида 10 ppm о/о.

Калибруют аппаратуру и устанавливают подходящую чувствительность с использованием стандартных газов А и Б. Определяют содержание углерода монооксида в испытуемом образце.

***Газовая хроматография*** (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 монооксида.* Смесь, содержащая 0,001 % (о/о) углерода монооксида.

*Хроматографические условия*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Колонка | 2 м × 1 мм, углеродное молекулярное сито, 152–178 мкм; | |
| Детектор | термохимический; | |
| Газ-носитель | сухой воздух; | |
| Скорость потока | 10 мл/мин; | |
| Объём пробы | 250 мкл; | |
| Температура | колонка | 75 ºС; |
| детектор | 75 ºС; |
| Время хроматографирования | 5 мин. | |

Хроматографируют стандартный образец углерода монооксида и испытуемый образец.

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

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

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

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

***С помощью индикаторной трубки***

Определение проводят с помощью индикаторной трубки на углерода монооксид согласно руководству по эксплуатации.

**Метан.** Не более 0,005 % о/о (50 ppm).

Определение проводят одним из приведённых методов.

***ИК-спектрометрия****.* Определение проводят методом ИК-спектрометрии (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»).

*Испытуемый образец* должен быть отфильтрован для исключения явлений рассеянного света (фильтр 3 мкм).

*Стандартный газ А.* Гелий для хроматографии.

*Стандартный газ Б*. Смесь, содержащая 50 ppm о/о метана в гелии для хроматографии.

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 метана. Измеряемый световой пучок проходит через ячейку для образца, а в некоторых анализаторах и через ячейку сравнения. При наличии метана 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 концентрацией метана. Для определения содержания метана полученный сигнал линеаризуется.

Калибруют аппаратуру и устанавливают подходящую чувствительность с использованием стандартных газов А и Б. Измеряют содержание метана в испытуемом образце.

***Газовая хроматография.*** Определение проводят одновременно с определением углерода монооксида методом газовой хроматографии (ОФС «Газовая хроматография, рис. 1).

*Стандартный образец метана.* Смесь, содержащая 50 ppm о/о метана.

Порядок выхода пиков: углерода монооксид, метан. Разрешение между данными пиками должно составлять не менее 1,5.

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

**Кислород**. Не более 0,005 % о/о (50 ppm).

Определение проводят одним из методов 2 или 4 ОФС «Примесь кислорода в газах медицинских».

***Электрохимический анализ***

Определение проводят с помощью электрохимического анализатора кислорода, имеющего шкалу детектора в диапазоне 0–100 ppm.

Испытуемый газ проходит через детектирующую ячейку, содержащую водный раствор электролита, обычно калия гидроксида. Присутствие кислорода в испытуемом газе приводит к изменению регистрируемого на выходе из ячейки электрического сигнала, пропорциональному содержанию кислорода.

Калибруют анализатор в соответствии с инструкцией производителя. Пропускают через анализатор испытуемый газ с заданной скоростью потока с помощью подходящего регулятора давления и герметичных металлических трубок до получения постоянных показаний.

***Газовая хроматография.*** Определение проводят методом ГХ (ОФС «Газовая хроматография).

*Стандартный образец кислорода*. Смесь, содержащая 50 ppm о/о кислорода и 50 ppm о/о азота в гелии.

*Хроматографические условия*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Колонка | 2 м × 1 мм, молекулярное сито, 149–177 мкм; | |
| Детектор | детектор по теплопроводности; | |
| Газ-носитель | гелий для хроматографии; | |
| Скорость потока | 10 мл/мин; | |
| Объём пробы | 250 мкл; | |
| Температура | колонка | 50 ºС; |
| детектор | 50 ºС; |
| Время хроматографирования | 5 мин. | |

*Порядок выхода пиков:* кислород, азот.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца:

- *разрешение (RS)* между пиками должно быть не менее 1,5;

- относительное стандартное отклонение площадей пиков кислорода и азота должно быть не более 10 % (6 введений);

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

Содержание кислорода 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 одним из приведённых методов.

*Метод 1.*Определение проводят методом ГХ (ОФС «Газовая хроматография»).

*Стандартный образец гелия*. Гелий для хроматографии.

*Хроматографические условия*

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Колонка | 2 м × 4,5 мм, молекулярное сито, 0,5 нм; | |
| Детектор | детектор по теплопроводности; | |
| Газ-носитель | аргон для хроматографии; | |
| Скорость потока | 60 мл/мин; | |
| Объём образца | 500 мкл; | |
| Температура | колонка | 50 ºС; |
| детектор | 150 ºС. |

Хроматографируют стандартный образец гелия и испытуемый образец.

Настраивают объёмы вводимых образцов и условия работы таким образом, чтобы высота пика, соответствующего гелию составляла не менее 35 % от полной шкалы прибора.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме стандартного образца гелия *фактор асимметрии пика (AS)* гелия должен быть не менее 0,6.

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

***Метод 2****.*Определение проводят расчётным методом.

Содержание гелия в испытуемом образце в объёмных процентах (*X*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где |  | – | суммарное содержание примесей углерода монооксида, метана и кислорода, ppm; |
|  |  | – | вода, ppm. |

ХРАНЕНИЕ

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