

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0004

МЫШЬЯК

МЕТОД А

Прибор (см. Рисунок 1) состоит из конической колбы объёмом 100 мл, закрытой стеклянной притёртой пробкой, через которую проходит стеклянная трубка длиной около 200 мм и внутренним диаметром около 5 мм. Нижняя часть трубки сужается до внутреннего диаметра 1 мм; на расстоянии около 20 мм от кончика трубки расположено боковое отверстие диаметром от 2 мм до 3 мм. Трубка помещена таким образом, чтобы боковое отверстие находилось минимум на 3 мм ниже нижней поверхности пробки. Другая стеклянная трубка с таким же внутренним диаметром соединяется с первой трубкой. Вторая трубка дважды изогнута под прямым углом, её свободный конец сужается до внутреннего диаметра 1 мм. Этот конец погружён в пробирку, содержащую 3,0 мл раствора серебра диэтилдитиокарбамата. Первую трубку неплотно заполняют 50–60 мг *свинцово-ацетатной ваты* или помещают небольшой ватный тампон и скрученную в трубочку полоску *свинцово-ацетатной бумаги* массой 50–60 мг.

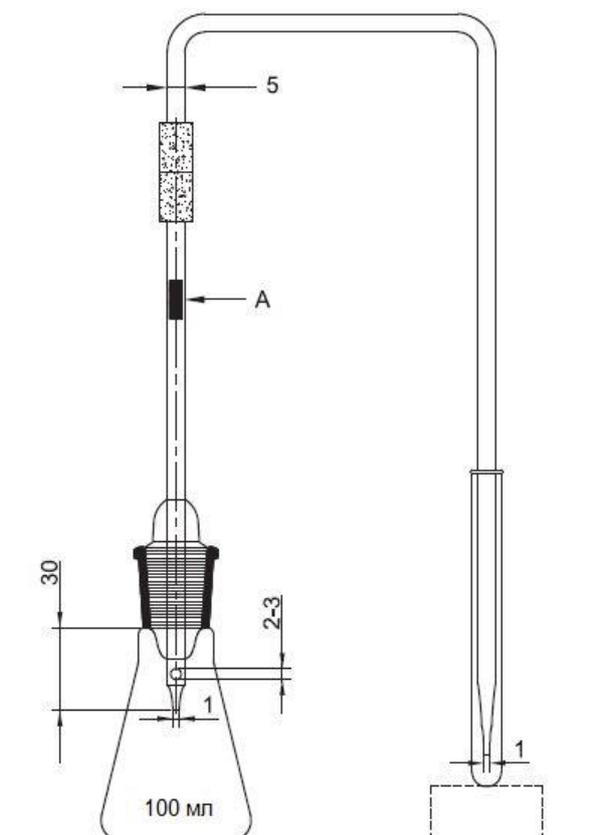


Рисунок 1 – *Прибор для определения мышьяка в лекарственных средствах*
Размеры указаны в миллиметрах
 А – свинцово-ацетатная бумага/свинцово-ацетатная вата.

Испытуемый раствор. Указанный в фармакопейной статье раствор помещают в коническую колбу и доводят объём раствора *водой* до 25 мл или растворяют в конической колбе указанную навеску испытуемого образца в 25 мл *воды*.

Раствор сравнения. Готовят таким же образом, используя 1 мл *мышьяка стандартного раствора (1 ppm As)* разбавленного *водой* до 25 мл.

Раствор серебра диэтилдитиокарбамата. Раствор готовят непосредственно перед использованием. 0,100 г *серебра диэтилдитиокарбамата* растворяют в *пиридине* и доводят объём раствора тем же растворителем до 20,0 мл.

К испытуемому раствору и раствору сравнения прибавляют по 15 мл *хлористоводородной кислоты концентрированной*, 0,1 мл *олова(II) хлорида раствора (1)*, 5 мл *калия йодида раствора 1 М*, выдерживают в течение 15 мин и прибавляют 5 г *цинка активированного*. Сразу соединяют две части прибора,

колбу помещают в водяную баню, температура которой поддерживается такой, чтобы обеспечить равномерное выделение газа.

По истечении не менее 2 ч окраска свинцово-ацетатной бумаги/ваты, полученная с испытуемым раствором, не должна быть интенсивнее окраски свинцово-ацетатной бумаги/ваты, полученной с раствором сравнения.

Испытание пригодности. Интенсивность окраски раствора сравнения должна соответствовать интенсивности окраски 3 мл смеси, приготовленной из 3,0 мл жёлтого исходного раствора, 0,6 мл красного исходного раствора и 11,40 мл раствора хлористоводородной кислоты концентрированной (10 г/л HCl) (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 1).

МЕТОД Б

Испытуемый раствор. Указанную в фармакопейной статье навеску испытуемого образца помещают в пробирку, содержащую 4 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и около 5 мг калия йодида.

Раствор сравнения. Готовят таким же образом, используя 0,5 мл мышьяка стандартного раствора (10 ppm As).

К испытуемому раствору и раствору сравнения прибавляют по 3 мл натрия гипофосфита раствора и нагревают на водяной бане в течение 15 мин, периодически встряхивая.

После нагревания на водяной бане окраска испытуемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения.