

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.3.0028

КИСЛОРОД В ГАЗАХ МЕДИЦИНСКИХ

Общая фармакопейная статья распространяется на методы количественного определения кислорода.

МЕТОД 1

Определение проводят с использованием парамагнитного анализатора.

Принцип метода основан на высокой парамагнитной чувствительности молекулы кислорода. Кислород взаимодействует с магнитными полями, вследствие этого возникает отклонение чувствительного элемента парамагнитного анализатора, которое измеряется, усиливается и преобразуется в показатель концентрации кислорода. Измерение концентрации кислорода зависит от давления и температуры и, если анализатор не имеет автоматического компенсатора давления и термостата, его необходимо калибровать непосредственно перед проведением испытания. Поскольку парамагнитный эффект кислорода имеет линейный характер, прибор должен позволять проводить измерения в подходящем диапазоне с точностью считывания показаний с дискретностью не более 0,1 %.

Калибровка прибора. Калибровку проводят следующим образом:

- устанавливают нулевой уровень, пропуская через прибор *азот P1*, до получения постоянных показаний;
- устанавливают шкалу на 100 %, пропуская через прибор *кислород P* при той же скорости потока, что и для *азота P1*, до получения постоянных показаний.

Количественное определение. Пропускают испытуемый газ через прибор при постоянной скорости потока до получения постоянных показаний. Регистрируют концентрацию кислорода в испытуемом газе.

МЕТОД 2

Поглотительный (абсорбционный) метод осуществляют с использованием измерительного аппарата для анализа кислорода (рисунок 1).

Аммиачный раствор аммония хлорида. Растворяют 750 г аммония хлорида Р в 1000 мл воды дистиллированной Р и прибавляют 1000 мл аммиака раствора Р.

Заполняют цилиндрическую часть поглотительной пипетки (7) медными спиралями и закрывают пробкой. Заливают в пипетку и уравнительную склянку (9) аммиачный раствор аммония хлорида.

Кран (2) бюретки (1) смазывают и соединяют отдельные части прибора резиновыми трубками (10,11). Проверяют прибор на герметичность по постоянству уровня жидкости в бюретке при закрытом кране и нижнем положении уравнительной склянки.

Перед проведением анализа заполняют аммиачным раствором аммония хлорида цилиндрическую часть пипетки с капиллярной трубкой (6), капиллярную трубку (5), бюретку, проходы и капиллярные отростки крана (3,4).

Отбирают в бюретку прибора через отросток крана (3) пробу кислорода, несколько превышающую 100 см³.

Для приведения объёма кислорода в бюретке к атмосферному давлению устанавливают уровень аммиачного раствора аммония хлорида в уравнительной склянке против нулевого деления бюретки. Пережимают резиновую трубку (10) и быстрым поворотом крана выпускают из бюретки избыток кислорода в атмосферу. Соединяют поворотом крана бюретку с пипеткой и, поднимая уравнительную склянку, вытесняют весь кислород из бюретки в цилиндрическую часть пипетки. После заполнения раствором капиллярной трубки пипетки кран закрывают.

Для лучшего поглощения кислорода прибор осторожно встряхивают. Через 2–3 мин поглощение кислорода обычно заканчивается. Поворотом крана соединяют бюретку с пипеткой и, медленно опуская уравнительную склянку,

переводят в бюретку непоглощённый остаток пробы. Как только аммиачный раствор аммония хлорида начинает поступать в бюретку, кран закрывают. Кислород в бюретке приводят к атмосферному давлению, устанавливая на одной высоте уровни жидкости в бюретке и уравнильной склянке. Через 1-2 мин измеряют объём остаточных газов в бюретке, выжидая, пока жидкость стечёт со стенок бюретки.

Снимают показания на шкале бюретки. Деление, соответствующее уровню жидкости в бюретке, показывает объёмную долю кислорода в процентах в испытуемом кислороде.

Определение поглощения кислорода повторяют. Анализ заканчивают, если после повторного поглощения измерение объёма остаточных газов не превышает $0,05 \text{ см}^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать $0,05 \%$.

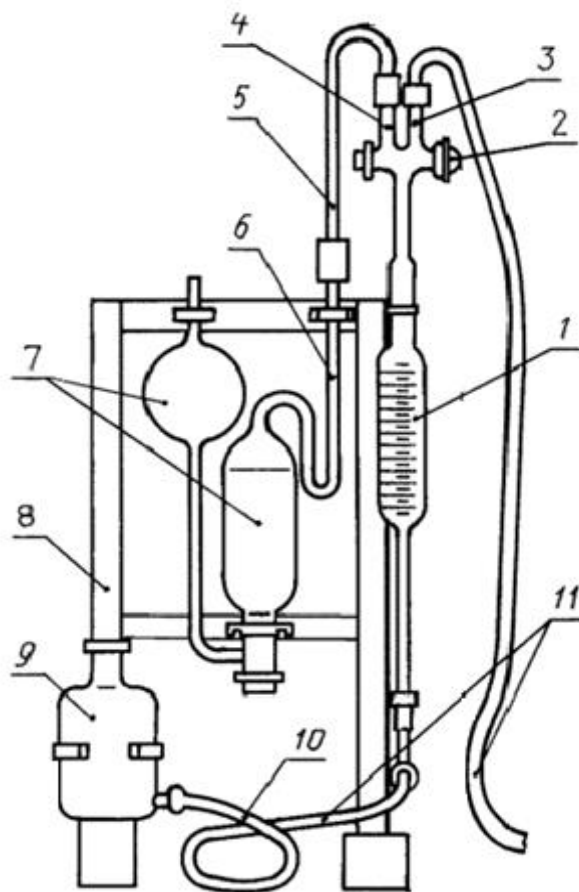


Рисунок 1 – Измерительный аппарат для анализа кислорода
 1 – бюретка; 2 – двухходовой кран; 3,4 – отвод крана;
 5,6 – капиллярные стеклянные трубки; 7 – поглотительная пипетка с
 капиллярной трубкой; 8 – штатив; 9 – уравнивательная склянка; 10,11 –
 резиновые трубки.

МЕТОД 3

Определение проводят методом газовой хроматографии (ОФС «Газовая хроматография»).

Испытуемый газ. Испытуемый образец.

Газ сравнения. Поверочная газовая смесь в соответствии с указаниями в фармакопейной статье.

Условия хроматографирования:

- колонка: из нержавеющей стали или стекла длиной 2 м и внутренним диаметром 1 мм, заполненная молекулярным ситом Р;
- газ-носитель: гелий для хроматографии Р;

- *скорость потока*: 10 мл/мин;
- *температура*:
 - колонки 40–50 °С;
 - детектора 40–50 °С;
- *детектор*: термокондуктометрический;
- *объём вводимой пробы*: 250 мкл петлевой инжектор;
- *время хроматографирования*: 5 мин.

Допускается корректировка условий хроматографирования в соответствии с ОФС «Хроматографические методы разделения».

Порядок элюирования веществ: кислород, азот.

Пригодность хроматографической системы (газ сравнения):

- *разрешение*: не менее 1,5 между пиками кислорода и азота;
- *повторяемость*:
 - относительное стандартное отклонение площади пиков кислорода и азота не более 10 % для 6 повторных вводов газа сравнения;
 - относительное стандартное отклонение времени удерживания пиков кислорода и азота не более 2 % для 6 повторных вводов газа сравнения.

Содержание кислорода в объёмных процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = 100 - \left(\frac{S_1 \cdot P}{S_0} + \sum X_i \right),$$

- где:
- S_1 – площадь пика азота на хроматограмме испытуемого газа;
 - S_0 – площадь пика азота на хроматограмме газа сравнения;
 - P – содержание азота в газе сравнения, %.
 - $\sum X_i$ – суммарное содержание других примесей, ранее определённых другими методами в испытуемом газе.

Содержание примеси кислорода в медицинских газах в объёмных процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_1 \cdot P}{S_0},$$

где: S_1 – площадь пика кислорода на хроматограмме испытуемого газа;

S_0 – площадь пика кислорода на хроматограмме газа сравнения;

P – содержание кислорода в газе сравнения, %.