

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.0006

СЕЛЕН

МЕТОД 1

Испытуемый раствор. Навеску испытуемого образца от 0,1 г до 0,2 г, если не указано иначе в фармакопейной статье, помещают в колбу для сжигания с кислородом вместимостью 1000 мл, прибавляют 25 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:30 об/об) 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 химический стакан вместимостью 150 мл и осторожно нагревают до кипения. Кипятят в течение 10 мин и оставляют до охлаждения.

Раствор сравнения. 6 мл селена стандартного раствора 1 мкг/мл помещают в химический стакан вместимостью 150 мл, прибавляют 25 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:30 об/об) и 25 мл воды.

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

Контрольный раствор. К 25 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:30 об/об) прибавляют 25 мл воды и перемешивают.

К испытуемому раствору, раствору сравнения и контрольному раствору прибавляют смесь аммиака раствор концентрированный 25 % – вода (1:2 об/об) до значения pH $2,0 \pm 0,2$. Растворы разбавляют водой до объема 60 мл и переносят в защищенные 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-диаминонафтилина, закрывают пробками и снова встряхивают. Растворы выдерживают при комнатной температуре в течение 100 мин, затем прибавляют по 5 мл циклогексана, энергично встряхивают в течение 2 мин и отстаивают до разделения слоёв.

Водные слои отделяют, циклогексановые извлечения центрифугируют для удаления диспергированной воды. Измеряют оптические плотности циклогексановых извлечений испытуемого раствора и раствора сравнения в кювете с толщиной слоя 1 см в максимуме поглощения при длине волны около 380 нм, используя циклогексановое извлечение контрольного раствора в качестве компенсационного раствора (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»*).

Оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать оптическую плотность раствора сравнения 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 раствора сравнения.

МЕТОД 2

Испытуемый раствор. К 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 100,0 мл.

Раствор сравнения. 10,0 мл селена стандартного раствора 1 мкг/мл доводят азотной кислоты 0,3 М раствором до 100,0 мл.

Контрольный раствор. Азотной кислоты 0,3 М раствор.

Проводят измерение атомной эмиссии раствора сравнения и испытуемого раствора при длине волны 203,96 нм по сравнению с контрольным раствором (*ОФС «Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанный плазмой»*).

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

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 водяной бане в течение 15 мин; не должно быть покраснения раствора.