

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Метод сжигания в
колбе с кислородом

ОФС.1.2.3.0010.15
Взамен ст. ГФ XI, вып.1

Метод сжигания в колбе с кислородом применяется для определения содержания брома, йода, селена, серы, фосфора, фтора и хлора в лекарственных средствах.

Принцип метода состоит в разрушении органических веществ сжиганием в атмосфере кислорода, растворении образующихся продуктов сгорания в поглощающей жидкости и последующем определении элементов, находящихся в растворе в виде ионов.

Для определения используют коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 500 – 1000 мл со шлифом. В пробку колбы впаяна нихромовая, платиновая или платино-иридиевая проволока диаметром 0,7 – 0,8 мм, заканчивающаяся изготовленной из того же материала корзиночкой или спиралью на расстоянии 1,5 – 2,0 см от дна колбы (рис. 1).

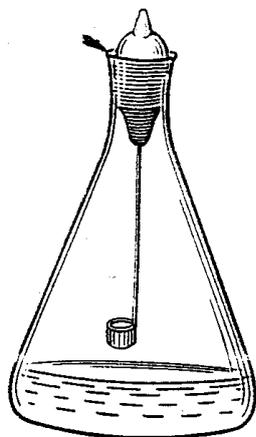


Рисунок 1 – Колба для сжигания в атмосфере кислорода

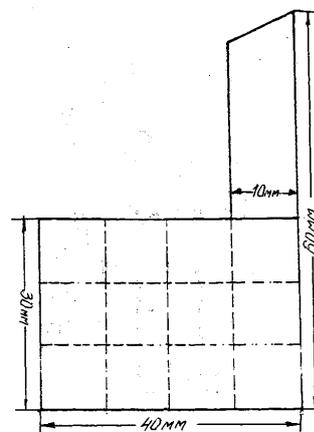


Рисунок 2 – Фильтровальная бумага для приготовления пакетика

Около 0,05 г (точная навеска) тонкоизмельченного образца испытуемого вещества или другое количество, указанное в фармакопейной статье, помещают в центр не содержащей галогенидов фильтровальной бумаги размером 30 × 40 мм, с выступающей узкой полоской шириной 10 мм и длиной 30 мм, заворачивают в виде пакетика, оставляя узкую полоску (рис. 2).

При исследовании жидкости навеску помещают в капилляр, заплавленный парафином, или в капсулу (полиэтиленовую, из нитро пленки или метилцеллюлозы). При исследовании жидких образцов объемом не более 200 мкл возможно использование капсул из поликарбоната.

Для жидкостей возможно применение двойного бумажного пакетика.

При исследовании мазеобразных веществ применяют капсулу (емкостью не более 200 мкл) из нитро пленки или пакетик из вощенной жиронепроницаемой бумаги. Капсулу или пакетик заворачивают в фильтровальную бумагу, как указано выше.

Если при проведении определения требуется, чтобы фильтровальная бумага была пропитана лития карбонатом, следует увлажнить центр бумаги насыщенным раствором лития карбоната и высушить ее перед применением при 100 – 105 °С.

При исследовании твердых и мазеобразных веществ, сгорающих со вспышкой, к навеске прибавляют 3 – 5 мг парафина.

Подготовленную пробу в пакетике из фильтровальной бумаги помещают в держатель (корзиночка или спираль). В колбу для сжигания наливают воду или другую поглощающую жидкость, указанную в фармакопейной статье, увлажняют горло колбы водой и пропускают в течение 3 – 5 мин ток кислорода через трубку, конец которой находится выше уровня жидкости. Затем осторожно поджигают узкий конец свободной полоски фильтровальной бумаги и немедленно плотно закрывают колбу пробкой, смоченной водой. Во время сжигания следует придерживать пробку рукой.

По окончании сжигания содержимое колбы встряхивают и оставляют на 30 – 60 мин при периодическом перемешивании. Стенки колбы, платиновую проволоку с корзиночкой и пробку промывают водой, промывные воды присоединяют к основному раствору и проводят определение элемента методом, указанным в фармакопейной статье.

Параллельно проводят контрольный опыт.

Примечание. При проведении работы необходимо надеть защитные очки, колбу поместить в предохранительный чехол, установить защитный экран. Колба для сжигания должна быть тщательно вымыта и свободна от следов органических веществ и растворителей.

Определение хлора и брома. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 20 мл водорода пероксида раствора 6 %. Стенки колбы и держатель образца обмывают 40 мл воды, прибавляют 5 капель бромфенолового синего раствора спиртового 0,1 % и нейтрализуют по каплям натрия гидроксида раствором 0,1 М до перехода желтой окраски в синюю. Затем прибавляют 1 мл азотной кислоты раствора 0,3 %, 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют ртути(II) нитрата раствором 0,005 М до перехода желтой окраски в светло-фиолетовую.

1 мл ртути(II) нитрата раствора 0,005 М соответствует 0,7091 мг хлора или 1,598 мг брома.

Определение йода. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, поглощая продукты сжигания 10 мл натрия гидроксида раствора 0,2 М. Шлиф и держатель обмывают 25 мл калия ацетата раствора 10 % в уксусной кислоте ледяной, к которому предварительно прибавляют 15 капель брома, затем пробку с держателем и стенки колбы тщательно промывают 40 мл воды, прибавляют по каплям муравьиную кислоту безводную 85 % до обесцвечивания раствора, 20 мл серной кислоты раствора 0,025 М, 0,5 г калия йодида и выдерживают в темном месте в течение 5 мин. Выделившийся йод титруют натрия тиосульфата раствором 0,1 М (индикатор – крахмал).

1 мл натрия тиосульфата раствора 0,1 М соответствует 12,69 мг йода.

Определение фтора. Определение проводят в соответствии с ОФС «Определение фтора».

Определение серы. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 15 мл водорода пероксида раствора 6 %. Держатель образца и стенки колбы обмывают 20 мл воды и упаривают содержимое колбы до 4 – 5 мл. К охлажденному раствору прибавляют 2 мл уксусной кислоты разведенной 30 %, 20 мл спирта 96 %, по 2 капли водного метиленового синего раствора 0,02 % и торина раствора 0,2 % и титруют бария нитрата раствором 0,01 М до перехода желто-зеленой окраски в розовую.

1 мл бария нитрата раствора 0,01 М соответствует 0,3207 мг серы.

Примечания.

1. Приготовление бария нитрата раствора 0,01 М. Около 2,614 г (точная навеска) бария нитрата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и фильтруют.

Установка титра. К 10 мл титрованного серной кислоты раствора 0,01 М прибавляют 40 мл воды, прибавляют по 2 капли метиленового синего раствора водного 0,02 % и торина раствора 0,2 % и медленно титруют приготовленным раствором бария нитрата до перехода желтой окраски в розовую.

1 мл серной кислоты раствора 0,01 М соответствует 2,614 мг бария нитрата.

2. Приготовление торина раствора 0,2 %. 0,2 г торина растворяют в 100 мл воды.

Раствор хранят в защищенном от света месте в течение 7 дней.

Определение фосфора. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 10 мл серной кислоты раствора 0,05 М. Определение фосфора проводят в соответствии с ОФС «Спектрофотометрическое определение фосфора».

Определение селена. Определение проводят в соответствии с ОФС «Селен».