

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Селен

ОФС.1.2.2.2.0006.15

Вводится впервые

Испытание на предельное содержание селена в лекарственных средствах проводят спектрофотометрическим методом, основанным на проведении реакции с 2,3-диаминонафталином после предварительного сжигания вещества в колбе с кислородом (ОФС «Метод сжигания в колбе с кислородом»).

Испытуемый раствор. В колбу для сжигания с кислородом вместимостью 1000 мл помещают от 100 до 200 мг (точная навеска) испытуемого вещества, если не указано иначе в фармакопейной статье, 25 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:30) и проводят сжигание. 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 стакан вместимостью 150 мл и осторожно нагревают до кипения. Кипятят в течение 10 мин и оставляют при комнатной температуре до охлаждения.

Эталонный раствор. 6 мл стандартного раствора селен-иона (1 мкг/мл) переносят в стакан вместимостью 150 мл, добавляют 25 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:30) и 25 мл воды.

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

Методика

К испытуемому, эталонному и контрольному растворам прибавляют смесь аммиака раствор концентрированный – вода (1:2) до рН ($2,0 \pm 0,2$). Растворы разбавляют водой до объема 60 мл и переносят в защищенные от света делительные воронки с помощью 10 мл воды. Добавляют по 200 мг гидросиламина гидрохлорида, закрывают пробками и встряхивают до растворения. Сразу после растворения прибавляют по 5 мл раствора 2,3-диаминонафталина, закрывают пробками и снова встряхивают. Оставляют на 100 мин, затем прибавляют по 5 мл циклогексана, энергично встряхивают в течение 2 мин и дают слоям разделиться.

Водные слои отбрасывают, циклогексановые экстракты центрифугируют для удаления диспергированной воды. Измеряют оптические плотности циклогексановых экстрактов испытуемого и эталонного растворов в кювете с толщиной слоя 1 см в максимуме поглощения при длине волны 380 нм, используя циклогексановый экстракт контрольного раствора в качестве раствора сравнения.

Оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать оптическую плотность эталонного раствора при навеске испытуемого вещества 200 мг. При проведении испытания с 100 мг испытуемого вещества оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать половину оптической плотности эталонного раствора.

Примечание. Приготовление раствора 2,3-диаминонафталина. Растворяют 100 мг 2,3-диаминонафталина и 500 мг гидросиламина гидрохлорида в 100 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты. Раствор используют свежеприготовленным.

Стандартный раствор селен-иона

Стандартный раствор 1 мкг/мл селен-иона. 40 мг (точная навеска) металлического селена помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, прибавляют 100 мл смеси азотная кислота концентрированная – вода (1:2) и перемешивают периодически до полного растворения, нагревая при

необходимости на водяной бане. Доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 5 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.