

ЧАСТНАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

«# КИСЛОРОД ГАЗООБРАЗНЫЙ»

12/2011:РБ0001

*Разработана на основе ГОСТ 5583–78
и статьи Европейской Фармакопеи “Oxygen”*

*Введена в действие с 1 декабря 2011 года
приказом Министерства здравоохранения Республики Беларусь
от 22 ноября 2011 года № 1135*

вводится впервые

КИСЛОРОД ГАЗООБРАЗНЫЙ

Oxygenium gaseosus

OXYGEN, GAZEOSUS

O₂

М.м. 32,00

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Содержание: не менее 99,5% (об/об) O₂.

Требования данной статьи распространяются на кислород, использующийся для медицинских целей.

Если нет других указаний в частной статье, пробу кислорода из баллона отбирают при давлении (14,7±0,5) МПа в прибор для анализа с помощью редуктора или вентиля тонкой регулировки и соединительной трубки от баллона до прибора для анализа. Соединительную трубку продувают не менее чем десятикратным объемом испытуемого газа.

ОПИСАНИЕ (СВОЙСТВА)

Бесцветный газ, без запаха.

1 объем кислорода растворяется в около 32 объемах воды при температуре 20°C и давлении 101 кПа.

ПРОИЗВОДСТВО

Кислород получают из атмосферного воздуха способом низкотемпературной ректификации.

Запах. Должен отсутствовать. Запах кислорода, выпускаемого через слегка открытый вентиль кислорода, определяют органолептически.

Углерода диоксид. Не более 0,03% (300 ppm) (об/об) при определении с использованием инфракрасного анализатора (2.5.24) или не более 0,01% (100 ppm) (об/об) при определении с использованием контрольного раствора натрия карбоната.

Определение углерода диоксида с использованием инфракрасного анализатора (2.5.24).

Испытуемый газ. Испытуемый образец фильтруют для исключения явления побочного свечения.

Газ сравнения (а). Кислород Р.

Газ сравнения (b). Смесь, содержащая 300 ppm (об/об) углерода диоксида Р1 в азоте Р1.

Градуируют прибор и устанавливают его чувствительность с использованием газов сравнения (а) и (b). Определяют содержание углерода диоксида в испытуемом газе.

Определение углерода диоксида с использованием контрольного раствора натрия карбоната.

Поглотительный раствор. 5 г бария гидроксида Р растворяют в 100 мл воды, свободной от углерода диоксида, Р. Раствор быстро фильтруют через плотный бумажный фильтр и хранят в колбе, закрытой пробкой. В пробку вставлена стеклянная трубка, соединенная с промывной склянкой с 20% (м/м) раствором натрия гидроксида Р или 20% (м/м) раствором калия гидроксида Р.

Испытуемый раствор. Подходящую склянку для промывания газов¹ продувают в течение 1—2 мин испытуемым газом, который отбирают из баллона с помощью редуктора через резиновую трубку. В склянку для промывания газов вливают 100,0 мл поглотительного раствора. Через раствор пропускают 1000 мл испытуемого газа в течение 15—20 мин. Объем испытуемого газа, пропущенный через поглотительный раствор, измеряют с помощью склянки с тубусом или прибора для отбора проб газа, присоединенного к короткой трубке склянки на выходе газа.

Контрольный раствор. Готовят одновременно с проведением испытания. К 100,0 мл поглотительного раствора прибавляют 1,0 мл раствора 0,40 г/л натрия карбоната Р (соответствует 0,01% (об/об) углерода диоксида).

Опалесценция испытуемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции контрольного раствора при просматривании в проходящем свете.

Углерода монооксид. Не более 0,0005% (5 ppm) (об/об) при определении с использованием инфракрасного анализатора (2.5.25) или индикаторной трубки для монооксида углерода (2.1.6) или испытуемый образец должен выдерживать испытание при пропускании его через насыщенный аммиачный раствор серебра нитрата.

Определение углерода монооксида с использованием инфракрасного анализатора (2.5.25).

Испытуемый газ. Испытуемый образец фильтруют для исключения явления побочного свечения.

Газ сравнения (а). Кислород Р.

¹ СН-1 — 100, СН-2 — 100 или аналогичные. Данная информация не будет включена в печатное издание ГФ РБ.

Газ сравнения (b). Смесь, содержащая 5 ppm (об/об) углерода монооксида Р в азоте Р1.

Градуируют прибор и устанавливают его чувствительность с использованием газов сравнения (a) и (b). Определяют содержание углерода монооксида в испытуемом газе.

Определение углерода монооксида путем пропускания через насыщенный аммиачный раствор серебра нитрата.

Насыщенный аммиачный раствор серебра нитрата. 5,0 г серебра нитрата Р растворяют в 100 мл воды Р и прибавляют по каплям при постоянном помешивании аммиака раствор разведенный Р1, пока осадок не будет почти (но не полностью) растворен. Раствор фильтруют и хранят в плотно закрытом флаконе из темного стекла в защищенном от света месте.

Подходящую склянку для промывания газов² продувают в течение 1—2 мин испытуемым газом, который отбирают из баллона с помощью редуктора через резиновую трубку. В склянку для промывания газов помещают 100,0 мл слабо нагретого насыщенного аммиачного раствора серебра нитрата. Через раствор пропускают 2000 мл испытуемого газа в течение 30—35 мин. Объем испытуемого газа, пропущенный через поглотительный раствор, измеряют с помощью склянки с тубусом или прибора для отбора проб газа, присоединенного к короткой трубке склянки на выходе газа.

Аммиачный раствор нитрата серебра должен быть бесцветным и прозрачным.

Вода. Не более 0,0067% (67 ppm) (об/об) при определении с использованием электролитического гигрометра (2.5.28) или не более 0,007% (70 ppm) (об/об) при определении с использованием подходящего кулонометрического влагомера³ (относительная погрешность не более $\pm 4\%$ в диапазоне измеряемых концентраций водяных паров 0—100 ppm).

Газообразные кислоты и основания. Испытуемый газ должен выдерживать испытание описанное ниже.

Три склянки для промывания газов⁴ продувают 1—2 мин испытуемым газом, который отбирают из баллона с помощью редуктора через резиновую трубку; склянки нумеруют. В три пронумерованные склянки для промывания газов наливают по 100 мл воды Р и прибавляют в каждую из них по 3-4 капли 0,2% (м/м) раствора метилового красного Р в спирте (60%, м/м) Р. Затем в склянку № 2 с помощью пипетки прибавляют 0,2 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты, в склянку № 3 — 0,4 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты. Через раствор в склянке № 2 пропускают 2000 мл испытуемого газа в течение 30—35 мин. Объем испытуемого газа, пропущенный через раствор, измеряют с помощью склянки с тубусом или прибора для отбора проб газа, присоединенного к короткой трубке склянки на выходе газа.

Сравнивают окраску раствора в склянке № 2 с окраской растворов в склянках № 1 и 3. Окраска раствора в склянке № 2 должна сохранять розовый цвет в отличие от раствора в склянке № 1, окрашенного в желтый цвет; розовая окраска раствора в склянке № 2 должна быть менее интенсивной, чем в склянке № 3.

² См. сноску 1.

³ «Байкал 5Ц» или аналогичный. Данная информация не будет включена в печатное издание ГФ РБ.

⁴ См. сноску 1.

Пороговая чувствительность метода 0,001 г/моль газообразных кислоты или основания в 1 м³ кислорода.

Озон и другие газы-окислители. Испытуемый газ должен выдерживать испытание описанное ниже.

Смешанный раствор крахмала. 0,5 г калия йодида *P* растворяют при нагревании в 95 мл воды *P*; 0,5 г крахмала растворимого *P* размешивают в 5 мл холодной воды. Раствор крахмала медленно вливают при помешивании в кипящий раствор калия йодида и кипятят в течение 2—3 мин.

Подходящую склянку для промывания газов⁵ продувают в течение 1—2 мин испытуемым газом, который отбирают из баллона с помощью редуктора через резиновую трубку. В склянку для промывания газов помещают 100 мл свежеприготовленного смешанного раствора крахмала и прибавляют 1 каплю кислоты уксусной ледяной *P*. Через наполненную склянку для промывания газов пропускают 2000 мл испытуемого газа в течение 30—35 мин. Объем испытуемого газа, пропущенный через раствор, измеряют с помощью склянки с тубусом или прибора для отбора проб газа, присоединенного к короткой трубке склянки на выходе газа.

Раствор должен оставаться бесцветным (отсутствие озона и других газов-окислителей).

Количественное определение. Определяют концентрацию кислорода с использованием парамагнитного анализатора (2.5.27) или на подходящем измерительном приборе (см. рисунок 1) как описано ниже.

Поглотительный раствор. 750 г аммония хлорида *P* растворяют в 1000 мл воды *P* и прибавляют 1000 мл раствора аммиака *P* (поглотительный раствор в пипетке прибора заменяют после проведения 20—30 испытаний).

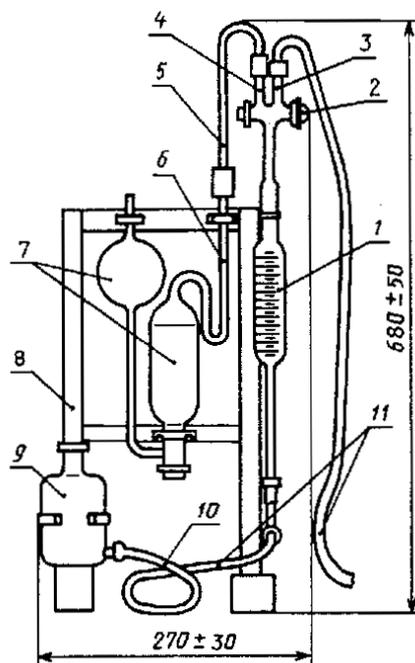


Рисунок 1. Измерительный прибор для определения объемной доли кислорода⁶.

Цилиндрическую часть пипетки заполняют медной круглой электрической проволокой диаметром 0,8—1,0 мм в виде спиралей

⁵ См. сноску 1.

⁶ «АК-М1» или аналогичный. Данная информация не будет включена в печатное издание ГФ РБ.

длиной около 10 мм и диаметром витка около 5 мм закрывают пробкой. В пипетку и уравнительную склянку заливают поглотительный раствор.

Кран бюретки смазывают и соединяют отдельные части прибора резиновыми трубками, проверяют прибор на герметичность по постоянству уровня жидкости в бюретке при закрытом кране и нижнем положении уравнительной склянки.

Перед проведением анализа заполняют поглотительным раствором цилиндрическую часть пипетки с капиллярной трубкой, капиллярную трубку 5, бюретку, проходы и капиллярные отростки крана.

Жидкость в пипетке и бюретке прибора перемещается подъемом или опусканием уравнительной склянки с поглотительным раствором. При этом поворотом крана соединяют внутренний объем бюретки с поглотительной пипеткой или атмосферой.

Отбирают в бюретку прибора через отросток 3 крана чуть более 100 мл испытуемого газа.

Для приведения объема газа в бюретке к атмосферному давлению устанавливают уровень поглотительного раствора в уравнительной склянке против нулевого давления бюретки. Пережимают резиновую трубу 10 и быстрым поворотом крана выпускают из бюретки избыток газа в атмосферу. Затем поворотом крана соединяют бюретку с пипеткой и, поднимая уравнительную склянку, вытесняют весь кислород из бюретки в цилиндрическую часть пипетки. После заполнения раствором капиллярной пипетки кран закрывают.

Для лучшего поглощения кислорода измерительный 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 непоглощенный остаток пробы. Как только поглотительный раствор начинает поступать в бюретку, кран закрывают. Газ в бюретке приводят к атмосферному давлению, устанавливая на одной высоте уровни жидкости в бюретке и уравнительной склянке. Объем остаточных газов в бюретке измеряют через 1—2 мин, выжидая, пока жидкость стечет со стенок бюретки.

Деление, соответствующее уровню жидкости в бюретке, показывает объемную долю кислорода в процентах (*об/об*) в испытуемом образце кислорода.

Поглощение кислорода повторяют. Испытание закачивают, если после повторного поглощения изменение объема остаточных газов не превышает 0,05 мл.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,05% (допускаемое расхождение). Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата испытания $\pm 0,05\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

ПОДЛИННОСТЬ (ИДЕНТИФИКАЦИЯ)

Испытуемый образец выдерживает требования раздела «Количественное определение».

ИСПЫТАНИЯ

Углерода диоксид. Не более 0,03% (300 ppm) (*об/об*) при определении с использованием индикаторной трубки для диоксида углерода (2.1.6) или не более 0,01% (100 ppm) (*об/об*) при определении с использованием контрольного раствора натрия карбоната как указано в разделе «Производство».

Углерода монооксид. Не более 0,0005% (5 ppm) (об/об) при определении с использованием индикаторной трубки для монооксида углерода (2.1.6) или испытуемый образец должен выдерживать испытание при пропускании его через насыщенный аммиачный раствор серебра нитрата как указано в разделе «Производство».

Пары воды. Не более 0,0067% (67 ppm) (об/об). Определение проводят с использованием индикаторной трубки для паров воды (2.1.6) или не более 0,007% (70 ppm) (об/об) при определении с использованием подходящего кулонометрического влагомера как указано в разделе «Производство».

ХРАНЕНИЕ

Хранят в подходящих сосудах в виде газа под давлением в соответствии с требованиями действующего законодательства. Масла и жирные смазочные материалы не должны использоваться, за исключением специальных кислород-совместимых материалов.

ПРИМЕСИ

Специфицированные примеси: А, В, С.

А. CO₂: Углерода диоксид.

В. СО: Углерода монооксид.

С. H₂O: Вода.