**Висмута трикалия дицитрат ФС**

**Висмута трикалия дицитрат**

**Bismuthi trikalii dicitras Вводится впервые**

Ди(2-гидроксипропан-1,2,3-трикарбоксилат)три[гидроксивисмута(III)]-2-гидроксипропан-1,2,3-трикарбоксилат трикалия-2-гидроксипропан-1,2,3-трикарбоксилат триаммония (4/7/3)



|  |  |
| --- | --- |
| 4C12H13Bi3O17·7C6H5K3O7·3C6H17N3O7 | М.м. 7099 |

Содержит:

– не менее 35,0 % и не более 38,5 % висмута оксида в пересчёте на сухое вещество;

– не менее 11,0 % и не более 13,0 % калия в пересчёте на сухое вещество;

– не менее 41,0 % и не более 48,0 % цитрата в пересчёте на сухое вещество.

**Описание**. Белый или почти белый аморфный или кристаллический порошок со слабым запахом аммиака. \*Гигроскопичен.

**Растворимость**. Очень легко или легко растворим в воде, мало растворим или практически нерастворим в спирте 96 %.

**Подлинность**

*1. Качественная реакция.* Субстанция должна давать характерную реакцию А на висмут (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

*2. Качественная реакция.* Субстанция должна давать характерную реакцию Б на калий (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

*3. Качественная реакция.* Субстанция должна давать характерную реакцию Б на цитраты (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**pH**. От 6,0 до 8,0 (6 % раствор, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Хлориды.** Не более 0,1 %. (ОФС «Хлориды»). 0,2 г субстанции растворяют в 100 мл воды.

**Нитраты**

*Раствор железа сульфата*. Около 8,0 г железа сульфата растворяют в 100 мл воды, свободной от углерода диоксида.

Около 0,5 г субстанции помещают в пробирку, растворяют в 5 мл воды, осторожно перемешивают с 5 мл концентрированной серной кислоты (в случае выпадения осадка раствор охлаждают и отстаивают), осторожно прибавляют 5 мл раствора железа сульфата по внутренней стенке пробирки; коричневое кольцо не должно образовываться на поверхности раздела двух слоев.

**Серебро.** Не более 0,002 % в пересчете на сухое вещество. Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»). Растворы готовят в посуде из тёмного стекла и используют свежеприготовленными.

*Раствор азотной кислоты 8 М.* 500,0 мл азотной кислоты концентрированной помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

*Испытуемый раствор*. Около 5,0 г (точная навеска) субстанции прокаливают в тигле при 600 °С в течение 3 ч, после охлаждения до комнатной температуры в тигель постепенно добавляют 10 мл раствора азотной кислоты 8 М и растворяют остаток. К полученному раствору прибавляют 100 мл воды и перемешивают. Выпавший белый осадок отфильтровывают через бумажный фильтр, фильтрат упаривают до объема около 15 мл. Полученный раствор повторно отфильтровывают через тот же фильтр в мерную колбу вместимостью 25 мл, объем фильтрата доводят водой до метки.

*Раствор сравнения*. 0,1 М раствор азотной кислоты.

*Стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 1 л помещают 0,315 г серебра нитрата, растворяют в 0,1 М растворе азотной кислоты и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки (20 мкг/мл серебра).

*Калибровочные растворы серебра.*

*Раствор серебра 8 мкг/мл.* 4,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки.

*Раствор серебра 4 мкг/мл.* 2,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки.

*Раствор серебра 2 мкг/мл.* 1,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки.

*Раствор серебра 1 мкг/мл.* 5,0 мл раствора серебра 2 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки.

*Раствор серебра 0,2 мкг/мл.* 2,0 мл раствора серебра 1 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора 0,1 М раствором азотной кислоты до метки.

Определение проводят в ацетилено-воздушном пламени в максимуме поглощения при длине волны 328,1 нм с использованием лампы с полым катодом или аналогичной.

Содержание серебра в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание серебра в субстанции в процентах (*Х*) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C∙25∙100∙100}{a∙\left(100-W\right)∙10^{6}}=\frac{C}{a∙\left(100-W\right)∙4}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | C | **–** | содержание серебра, определенное по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | a | **–** | навеска субстанции, г; |
|  | W | **–** | потеря в массе при высушивании, %. |

**Медь.** Не более 0,002 %. Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Раствор азотной кислоты 8 М.* Готовят в условиях испытания «Серебро».

*Испытуемый раствор*. Готовят в условиях испытания «Серебро».

*Раствор сравнения*. Раствор хлористоводородной кислоты 0,01 М.

*Стандартный раствор*.1,0 мл эталонного раствора меди (ОФС «Атомная абсорбционная спектрометрия») помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объём раствора 0,1 М раствором хлористоводородной кислоты до метки (40 мкг/мл меди).

*Калибровочные растворы меди.*

*Раствор меди 20 мкг/мл.* 5,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор меди 10 мкг/мл.* 5,0 мл раствора меди 20 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор меди 5 мкг/мл.* 5,0 мл раствора меди 10 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор меди 2 мкг/мл.* 1,0 мл раствора меди 20 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор меди 1 мкг/мл.* 5,0 мл раствора меди 2 мкг/мл помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Определение в ацетилено-воздушном пламени в максимуме поглощения при длине волны 324,7 нм с использованием лампы с полым катодом или аналогичной.

Содержание меди в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание меди в субстанции в процентах (*Х*) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C∙25∙100∙100}{a∙\left(100-W\right)∙10^{6}}=\frac{C}{a∙\left(100-W\right)∙4}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | C | **–** | содержание меди, определенное по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | a | **–** | навеска субстанции, г; |
|  | W | **–** | потеря в массе при высушивании, %. |

**Свинец.** Не более 0,002 %. Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Раствор азотной кислоты 8 М.* Готовят в условиях испытания «Серебро».

*Испытуемый раствор*. Готовят в условиях испытания «Серебро».

*Раствор сравнения*. Раствор хлористоводородной кислоты 0,01 М.

*Стандартный раствор*.1,0 мл эталонного раствора свинца (ОФС «Атомная абсорбционная спектрометрия») помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объём раствора 0,01 М раствором хлористоводородной кислоты до метки.

*Калибровочные растворы свинца.* Стандартный раствор разводят водой до содержания свинца от 0,1 до 2,0 мкг/мл. Готовят не менее 5 калибровочных растворов.

Определение проводят в ацетилено-воздушном пламени в максимуме поглощения при длине волны 217,0 нм с использованием лампы с полым катодом или аналогичной.

Содержание свинца в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание свинца в субстанции в процентах (*Х*) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C∙25∙100∙100}{a∙\left(100-W\right)∙10^{6}}=\frac{C}{a∙\left(100-W\right)∙4}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | C | **–** | содержание свинца, определенное по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | a | **–** | навеска субстанции, г; |
|  | W | **–** | потеря в массе при высушивании, %. |

**Мышьяк.** В соответствии с требованиями ОФС «Мышьяк», метод 2, способ А. При добавлении натрия гипосульфита не должно наблюдаться побурения раствора.

*Испытуемый раствор.* 1,0 г субстанции растворяют в 5 мл кислоты хлористоводородной концентрированной.

**Аммиак**. От 2 до 6 %. Определение проводят методом Къельдаля (ОФС «Определение азота в органических соединениях методом Къельдаля»). Для определения используют 0,5 г (точная навеска) субстанции.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты или 0,05 М раствора серной кислоты соответствует 1,703 мг NH3.

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

**Остаточные органические растворители.** Всоответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».

**Микробиологическая чистота**. В соответствии с ОФС «Микробиологическая чистота».

**Количественное определение**.

***Висмут.*** Определение проводят методом титриметрии (ОФС «Комплексонометрическое титрование»). Испытуемый раствор используют свежеприготовленным.

Около 0,5 г (точная навеска) субстанции растворяют в 50 мл воды, прибавляют 3 мл азотной кислоты и перемешивают. Титруют медленно 0,05 М раствором натрия эдетата до изменения окраски от красной до ярко-желтой (индикатор – 50 мг ксиленового оранжевого).

1 мл 0,05 М раствора натрия эдетата соответствует 10,45 мг висмута оксида.

***Калий.*** Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Раствор азотной кислоты 8 М.* Готовят в условиях испытания «Серебро».

*0,1 % раствор натрия хлорида*. 1,0 г натрия хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор*. Около 0,5 г (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты, охлаждают и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 0,5 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора 0,1 % раствором натрия хлорида до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

*Раствор сравнения*. 0,1 % раствор натрия хлорида.

*Стандартный раствор.* 1,0 мл эталонного раствора калия (ОФС «Атомная абсорбционная спектрометрия») помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объем раствора 0,1 % раствором натрия хлорида до метки.

*Калибровочные растворы калия*. Стандартный раствор разводят 0,1 % раствором натрия хлорида до содержания калия от 0,5 до 2,4 мкг/мл. Готовят не менее 5 калибровочных растворов.

Определение проводят в ацетилено-воздушном пламени в максимуме поглощения при длине волны 766,5 нм с использованием лампы с полым катодом или аналогичной.

Содержание калия в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание калия в субстанции в процентах (*Х*) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C∙100∙200∙100∙100}{a∙\left(100-W\right)∙0,5∙10^{6}}=\frac{C∙400}{a∙\left(100-W\right)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | C | **–** | содержание калия, определенное по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | a | **–** | навеска субстанции, г; |
|  | W | **–** | потеря в массе при высушивании, %. |

***Цитрат.*** Определение проводят методом титриметрии. Испытуемый раствор используют свежеприготовленным.

*Раствор щавелевой кислоты 0,1 М*. 0,12607 г щавелевой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Около 1,0 г (точная навеска) субстанции помещают в колбу вместимостью 200 мл, прибавляют при нагревании до 65±10 °С 70 мл 1 М раствора натрия гидроксида и продолжают нагревание в течение 1,5±0,5 ч, охлаждают раствор до комнатной температуры и фильтруют. Осадок промывают 25 мл воды в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 10,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора водой до метки. К 25 мл полученного раствора прибавляют 25 мл воды, 2 мл 50 % раствора серной кислоты, 7 мл 0,02 М раствора калия перманганата и кипятят в течение 5 мин. После охлаждения прибавляют 4 мл 0,1 М раствора щавелевой кислоты и перемешивают до полного растворения осадка. Избыток щавелевой кислоты титруют 0,02 М раствором калия перманганата до устойчивого слабо-розового окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 1,2 мг цитрата.

**Хранение**. В сухом, защищённом от света месте при температуре не выше 25°С.

\*Приводится для информации.