**Смектит диоктаэдрический ФС**

**Смектит диоктаэдрический**

**Smectitum dioctaedricum Вводится впервые**

Представляет собой минерал природного происхождения – смесь частиц монтмориллонита и сапонита, очищенную от песка и не набухающих компонентов руды. Состав его представлен различными соединениями, основными из которых являются окись алюминия, окись магния и двуокись кремния.

Содержит алюминий и магний в соотношении не менее 0,5 и не более 2,8.

**Описание**. От желтовато-белого или серовато-белого цвета до серовато-желтого или коричневато-желтого цвета тонкий порошок.

**Растворимость**. Практически нерастворим в воде и спирте 96 %.

\*При смешивании с водой образует мутную взвесь.

**Подлинность.**

*Испытуемый образец.* Около 1 г субстанции спекают с 2 г натрия карбоната безводного при температуре 800 °С в течение 1 ч. После охлаждения до комнатной температуры прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %, нагревают до закипания, охлаждают до комнатной температуры и фильтруют. Фильтрат помещают в фарфоровый тигель и упаривают досуха на водяной бане.

*1. Качественная реакция.* Около 0,25 г испытуемого образца в свинцовом или платиновом тигле смешивают с 10 мг натрия фторида и 0,2 мл серной кислоты концентрированной, перемешивая медной проволокой до образования суспензии. Тигель накрывают часовым стеклом с висящей на нем каплей воды и аккуратно нагревают; через некоторое время вокруг капли должно появиться белое кольцо.

*2.* *Качественная реакция*. Испытуемый образец растворяют в 5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 % и 10 мл воды, фильтруют через бумажный фильтр или центрифугируют в течение 30 мин при 3000 об/мин. К фильтрату прибавляют аммония хлорида буферный раствор pH 10,0 до образования белого желатинообразного осадка. Смесь фильтруют через бумажный фильтр (фильтрат используют для проведения качественной реакции 3). Полученный осадок растворяют в 2,0 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %. Полученный раствор должны давать характерную реакцию на алюминий (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

*3. Качественная реакция*. 1 мл фильтрата, полученного при проведении качественной реакции 2, должен давать характерную реакцию на магний (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

4*. Рентгеновская порошковая дифрактометрия*.

А. Около 2,0 г субстанции небольшими порциями при интенсивном встряхивании помещают в коническую колбу, содержащую 100 мл воды, и оставляют на 12 ч до полного набухания. 2 мл полученной смеси помещают на предметное стекло и сушат на воздухе при комнатной температуре до образования пленки. Предметное стекло помещают в вакуумный эксикатор над свободной поверхностью этиленгликоля. Из эксикатора откачивают воздух и закрывают кран для насыщения эксикатора парами этиленгликоля. Оставляют на 12 ч.

Проводят анализ в соответствии с ОФС «Рентгеновская порошковая дифрактометрия», регистрируют дифрактограммы и определяют значение d. Наибольший пик, соответствующий величине d, должен находиться в области от 15,0 до 17,2 Å.

Б. Проводят определение в соответствии с ОФС «Рентгеновская порошковая дифрактометрия», регистрируя дифрактограммы субстанции и определяя значения d в диапазоне от 1,48 до 1,54 Å. Должны присутствовать пики в областях от 1,492 до 1,504 Å и от 1,510 до 1,540 Å.

**pH.**От 8,0 до 10,0 (5 % суспензия, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Кислотонейтрализующая способность.** Не более 4,0.

Навеску субстанции, содержащую 5,0 г сухого смектита диоктаэдрического, помещают в химический стакан вместимостью 1 л, прибавляют 500 мл воды и перемешивают. Устанавливают нулевое время секундомера. При постоянном перемешивании прибавляют порциями по 3,0 мл раствор хлористоводородной кислоты 0,1 М на 5, 65, 125, 185, 245, 305, 365, 425, 485, 545, 605, 665 и 725 секундах и прибавляют 1,0 мл раствора хлористоводородной кислоты 0,1 М на 785 секунде. Определяют pH смеси потенциометрически на 840 секунде.

**Свинец.** Не более 0,0015 %. Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Хлористоводородная кислота разведенная*. Смешивают хлористоводородную кислоту концентрированную с водой в соотношении 1:25.

*Раствор свинца нитрата*. 159,8 мг свинца (II) нитрата помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в смеси 100 мл воды и 1 мл азотной кислоты, доводят объем раствора водой до метки.

*Стандартный раствор*. 3,0 мл эталонного раствора свинца (ОФС «Атомная абсорбционная спектрометрия») помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор*. Около 10,0 г (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, содержащую 100 мл хлористоводородной кислоты разведенной. Накрывают колбу часовым стеклом и кипятят содержимое в течение 15 мин. Охлаждают до комнатной температуры и оставляют для осаждения нерастворенных частиц. Декантируют надосадочную жидкость и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 400 мл.

К осадку в конической колбе вместимостью 250 мл прибавляют 25 мл горячей воды, перемешивают и оставляют для осаждения нерастворенных частиц. Декантируют надосадочную жидкость, фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 400 мл. Повторяют экстракцию двумя дополнительными порциями по 25 мл воды, декантируя каждую порцию надосадочной жидкости и фильтруя ее через бумажный фильтр в ту же коническую колбу вместимостью 400 мл. Промывают фильтр 25 мл горячей воды, собирая фильтрат в ту же колбу. Концентрируют объединенные экстракты аккуратным кипячением до объема около 20 мл. При выпадении осадка прибавляют 2-3 капли азотной кислоты, нагревают до кипения и охлаждают до комнатной температуры. Фильтруют концентрированные экстракты через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 мл. Колбу вместимостью 400 мл ополаскивают водой, промывные воды фильтруют через бумажный фильтр в ту же мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объем раствора водой до метки.

Определение проводят в ацетилено-воздушном пламени при длине волны 284 нм с использованием лампы с полым катодом или аналогичной.

Поглощение испытуемого раствора не должно быть больше поглощения стандартного раствора.

**Мышьяк**. Не более 0,0003 % (ОФС «Мышьяк», метод 1). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 8,0 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

# Адсорбционная способность. Не менее 150 мг метиленового синего на 1 г субстанции (ОФС «Определение адсорбционной активности энтеросорбентов»).

*Испытуемый раствор*. Около 80 мг (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 35 мл раствора метиленового синего, перемешивают в течение 20 мин с частотой 50 колебаний в минуту. Суспензию центрифугируют со скоростью 3000 об./мин в течение 15 мин и декантируют надосадочную жидкость. 5,0 мл надосадочной жидкости переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора фосфатным буферным раствором pH 6,8 (1) до метки и перемешивают. 5,0 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора фосфатным буферным раствором pH 6,8 (1) до метки.

*Раствор метиленового синего*. Около 1,5 г (точная навеска) метиленового синего помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 500 мл фосфатного буферного раствора pH 6,8 (1), нагревают на водяной бане до температуры 58-62 °С, обрабатывают ультразвуком в течение 15 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

Перед использованием раствор взбалтывают в течение 10 мин.

*Стандартный раствор*. 5,0 мл раствора метиленового синего помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора фосфатным буферным раствором pH 6,8 (1) до метки. 5,0 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

***Определение коэффициента светопоглощения стандартного раствора***. Определение проводят методом спектрофотометрии.

Измеряют оптическую плотность стандартного раствора при длине волны 625 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. В качестве раствора сравнения используют фосфатный буферный раствор pH 6,8 (1).

Коэффициент светопоглощения метиленового синего рассчитывают по формуле:

$$K=\frac{A\_{0}∙1000∙50∙100∙100∙100}{а\_{0}∙5∙5∙P∙(100-W)}=\frac{A\_{0}∙2∙10^{9}}{а\_{0}∙P∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *A0* | − | оптическая плотность стандартного раствора; |
|  | *а0* | − | навеска метиленового синего, мг; |
|  | *P* | – | содержание основного вещества в метиленовом синем, %; |
|  | *W* | – | потеря в массе при высушивании метиленового синего, %. |

Измеряют оптическую плотность стандартного раствора относительно испытуемого на спектрофотометре при длине волны 625 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

Адсорбционную активность субстанции в мг метиленового синего на 1 г субстанции (*Х*) рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{ΔA∙50∙100∙35}{K∙5∙5∙a∙(100-W)}=\frac{ΔA∙7000}{K∙a∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *K* | − | коэффициент светопоглощения метиленового синего; |
|  | *ΔA* | − | оптическая плотность стандартного раствора, измеренная относительно испытуемого раствора; |
|  | *а* | – | навеска субстанции, г; |
|  | *W* | – | потеря в массе при высушивании субстанции, %. |

**Микробиологическая чистота**. В соответствии сОФС «Микробиологическая чистота».

**Количественное определение.**

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

*Раствор натрия хлорида 1 %*. Около 1,0 г натрия хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор азотной кислоты 1:14*. 84,0 мл воды помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, осторожно прибавляют 6 мл азотной кислоты концентрированной и перемешивают.

*Испытуемый раствор А*. Около 0,2 г (точная навеска) субстанции помещают в платиновый тигель вместимостью 25 мл, содержащий 1,0 г лития метабората безводного, и перемешивают. Содержимое тигля медленно нагревают, затем сплавляют в предварительно разогретой муфельной печи при температуре 1000–1200 °С в течение 15 мин. Тигель охлаждают и помещают в химический стакан вместимостью 100 мл, содержащий 25 мл раствора азотной кислоты 1:14, прибавляют 50 мл раствора азотной кислоты, чтобы заполнить и затопить тигель. В тигель помещают магнит, покрытый фторуглеродной оболочкой и перемешивают содержимое на магнитной мешалке до полного растворения содержимого тигля. Содержимое стакана количественно переносят в другой химический стакан вместимостью 250 мл, удаляют тигель. Нагревают раствор, теплым фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 200 мл, стакан и тигель промывают водой, присоединяя промывные воды к фильтруемому раствору, доводят объем раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор Б*. 20,0 мл испытуемого раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл 1 % раствора натрия хлорида, доводят объем раствора водой до метки.

*Стандартный раствор*. Около 1,0 г (точная навеска) алюминия помещают в химический стакан вместимостью 100 мл, растворяют при осторожном нагревании в смеси, состоящей из 10 мл кислоты хлористоводородной концентрированной и 10 мл воды. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки.

*Калибровочные растворы.*

*Раствор алюминия 0,02 мг/мл*. 2,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 0,2 г натрия хлорида, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор алюминия 0,05 мг/мл*. 5,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 0,2 г натрия хлорида, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора водой до метки.

*Раствор алюминия 0,1 мг/мл*. 10,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 0,2 г натрия хлорида, растворяют в 50 мл воды, доводят объем раствора водой до метки.

*Условия испытания*

|  |  |
| --- | --- |
| Источник излучения | полая катодная лампа для определения алюминия; |
| Горелка | однощелевая; |
| Пламя | ацетилен–закись азота; |
| Длина волны | 309 нм. |

Содержание алюминия в испытуемом растворе Б (мкг/мл) определяют по калибровочному графику.

Содержание алюминия в субстанции *(Х)* в процентах вычисляют по формуле:

$$Х=\frac{С∙200∙100∙100}{а∙20∙1000∙(100-W)}=\frac{С∙1000}{а∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *С* | − | концентрация алюминия в испытуемом растворе Б, мкг/мл; |
|  | *а* | − | навеска субстанции, мг; |
|  | *W* | – | потеря в массе при высушивании субстанции, %. |

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

*Раствор лантана (III) хлорида*. Около 88,30 г лантана (III) хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в 500 мл 6 М раствора хлористоводородной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор*. 25,0 мл испытуемого раствора А (раздел «Количественное определение, Алюминий») помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора водой до метки. 5,0 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл раствора лантана (III) хлорида, доводят объем раствора водой до метки.

*Стандартный раствор*. Около 1,0 г (точная навеска) магния помещают в химический стакан вместимостью 250 мл, содержащий 20 мл воды, осторожно прибавляют 20 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, при необходимости осторожно нагревают, до прекращения реакции. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки.

10,0 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

*Калибровочные растворы.*

*Раствор магния 0,5 мкг/мл*. 5,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл раствора лантана (III) хлорида, объем раствора доводят водой до метки.

*Раствор магния 1 мкг/мл*. 10,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл раствора лантана (III) хлорида, объем раствора доводят водой до метки.

*Раствор магния 1,5 мкг/мл*. 15,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл раствора лантана (III) хлорида, объем раствора доводят водой до метки.

*Раствор магния 2 мкг/мл*. 20,0 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл раствора лантана (III) хлорида, объем раствора доводят водой до метки.

*Условия испытания*

|  |  |
| --- | --- |
| Источник излучения | полая катодная лампа для определения магния; |
| Горелка | однощелевая; |
| Пламя | ацетилен–воздух; |
| Длина волны | 285 нм. |

Содержание магния в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание магния в субстанции *(Х)* в процентах вычисляют по формуле:

$$Х=\frac{С∙200∙50∙100∙100}{а∙25∙5∙1000}=\frac{С∙800}{а}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *С* | − | концентрация ионов магния в испытуемом растворе, мкг/мл; |
|  | *а* | − | навеска субстанции, мг. |

**Хранение**. При температуре не выше 25 °С.

\*Приводится для информации.