МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Калий-железо гексацианоферрат** |  | **ФС** |
| **Калий-железо гексацианоферрат** |  |  |
| **Kalii ferri hexacyanoferras** |  | **Взамен ФС 42-2813-99** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
| Гексацианоферрат(II) железа(III) калия |
| Гексацианоферрат(III) железа(II) калия |
|  |
| KFe[Fe(CN)6] | М.м. 306,89 |

Содержит:

- не менее 12,0 % и не более 15,0 % двухвалентного железа Fe2+;

- не менее 16,5 % и не более 18,5 % трёхвалентного железа Fe3+.

**Описание.** Тёмно-синий тонкодисперсный порошок.

**Растворимость.** Практически нерастворим в воде и спирте 95 %.

**Подлинность**

*1. Качественная реакция.* К 20 мг субстанции прибавляют 2 мл натрия гидроксида раствора 1 М, перемешивают и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 50 °С в течение 15 мин. Образовавшийся осадок отфильтровывают и сохраняют для последующего испытания. К фильтрату прибавляют 1 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М, 0,5 мл меди(II) сульфата раствора 10 %; должен образоваться осадок красно-коричневого цвета.

*2. Качественная реакция.* Осадок, оставленный на фильтре, промывают 50 мл воды порциями по 5 мл, растворяют в 2 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М и прибавляют 1 мл аммония тиоцианата раствора 5 %; должно появиться красное окрашивание.

**Хлориды.** Не более 0,6 % (ОФС «Хлориды»). В коническую колбу с притёртой пробкой помещают 15 мг субстанции, прибавляют 45 мл воды, интенсивно перемешивают в течение 30 мин, выдерживают в течение 24 ч и фильтруют. Для определения используют 10 мл фильтрата.

**Сорбционная способность.** Не менее 55 мг цезия хлорида на 1 г субстанции. Определение проводят методом спектрофотометрии (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).

*0,001 М раствор цезия хлорида.* Около 0,169 г (точная навеска) цезия хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 500 мл воды и доводят объём раствора водой до метки.

*Раствор фосфорномолибденовой кислоты.* В коническую колбу вместимостью 100 мл помещают 7 г фосфорномолибденовой кислоты, прибавляют 50 мл горячей воды, тщательно перемешивают, охлаждают, прибавляют водорода пероксид по каплям при перемешивании до жёлтого окрашивания со слегка оранжевым оттенком. Полученный раствор выдерживают в течение 30 мин и фильтруют. Раствор используют свежеприготовленным.

*6 М раствор хлорной кислоты.* К 650 мл хлорной кислоты прибавляют 350 мл воды.

*1,2 М раствор хлорной кислоты.* К 130 мл хлорной кислоты прибавляют 870 мл воды.

*Боратный буферный раствор.* В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 19,1 г натрия тетрабората, растворяют в 500 мл воды и доводят объём раствора водой до метки. К 850 мл полученного раствора прибавляют 155 мл хлористоводородной кислоты раствора 0,1 М.

*Испытуемый раствор.* Около 50 мг (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу с притёртой пробкой вместимостью 100 мл, прибавляют 25,0 мл 0,001 М раствора цезия хлорида, интенсивно встряхивают в течение 30 мин, выдерживают в течение 24 ч и фильтруют. В центрифужный стакан вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл полученного раствора, прибавляют 7 мл 6 М раствора хлорной кислоты, 4 мл воды и 5 мл раствора фосфорномолибденовой кислоты, перемешивают и оставляют на 30 мин. Полученный раствор центрифугируют при 14000 об/мин в течение 1 ч, сливают надосадочную жидкость и осторожно промывают осадок 150 мл 1,2 М раствора хлорной кислоты порциями по 15 мл. Промытый осадок заливают 30 мл боратного буферного раствора, перемешивают и выдерживают в течение 15 мин. Раствор переносят из центрифужного стакана в мерную колбу вместимостью 100 мл. Промывают центрифужный стакан 60 мл боратного буферного раствора порциями по 15 мл, сливая их в ту же мерную колбу, и доводят объём раствора боратным буферным раствором до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

*Стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 10,0 мл 0,001 М раствора цезия хлорида и доводят объём раствора водой до метки. В центрифужный стакан вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл полученного раствора, прибавляют 7 мл 6 М раствора хлорной кислоты, 4 мл воды и 5 мл раствора фосфорномолибденовой кислоты, перемешивают и оставляют на 30 мин. Полученный раствор центрифугируют при 14000 об/мин в течение 1 ч, сливают надосадочную жидкость и осторожно промывают осадок 150 мл 1,2 М раствора хлорной кислоты порциями по 15 мл. Промытый осадок заливают 30 мл боратного буферного раствора, перемешивают и оставляют на 15 мин. Раствор переносят из центрифужного стакана в мерную колбу вместимостью 100 мл. Промывают центрифужный стакан 60 мл боратного буферного раствора порциями по 15 мл, сливая их в ту же мерную колбу, и доводят объём раствора боратным буферным раствором до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

Измеряют оптическую плотность испытуемого и стандартного растворов на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 226 нм в кювете с толщиной слоя 1 см, используя в качестве раствора сравнения боратный буферный раствор.

Сорбционную способность *(Х)* в мг на 1 г субстанции вычисляют по формуле:

$$X=\frac{(1-\frac{A\_{1}}{A\_{0}∙5})·0,168∙25}{a\_{1}} ,$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *A*1 | − | оптическая плотность испытуемого раствора; |
|  | *A*0 | − | оптическая плотность стандартного раствора; |
|  | *а*1 | − | навеска субстанции, г. |

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

**Количественное определение.** Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,15 г (точная навеска) субстанции помещают в стакан вместимостью 50 мл, прибавляют 5 мл натрия гидроксида раствора 1 М и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 40–50 °С в течение 30 мин. Суспензию фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 мл. Осадок на фильтре промывают водой порциями по 25 мл до общего объёма фильтрата 300 мл.

***1. Определение содержания двухвалентного железа (Fe2+).***

В колбу с фильтратом прибавляют 10 мл серной кислоты концентрированной. Содержимое колбы нагревают до температуры 42,5±2,5 °С и титруют 0,0167 М раствором калия дихромата до появления сине-фиолетовой окраски (индикатор – 0,1 мл дифениламина раствора).

1 мл 0,0167 М раствора калия дихромата соответствует 5,585 мг двухвалентного железа (Fe2+).

***2. Определение содержания трёхвалентного железа (Fe3+).***

Фильтр с осадком помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 20 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М, перемешивают, прибавляют 150 мл воды, нагревают до температуры 65±5 °С и титруют 0,05 М раствором натрия эдетата до перехода окраски из красно-фиолетовой в жёлтую (индикатор – 1 мл сульфосалициловой кислоты раствора 10 %).

1 мл 0,05 М раствора натрия эдетата соответствует 2,793 мг трёхвалентного железа (Fe3+).

**Хранение.** В защищённом от света месте.