

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Калий-железо гексацианоферрат	ФС.2.1.0236.22
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 Fe^{2+} ;
- не менее 16,5 % и не более 18,5 % трёхвалентного железа Fe^{3+} .

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 (X) в мг на 1 г субстанции вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\left(1 - \frac{A_1}{A_0 \cdot 5}\right) \cdot 0,168 \cdot 25}{a_1},$$

где A_1 – оптическая плотность испытуемого раствора;

A_0 – оптическая плотность стандартного раствора;

a_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 (Fe^{2+}).

В колбу с фильтратом прибавляют 10 мл серной кислоты концентрированной. Содержимое колбы нагревают до температуры $42,5 \pm 2,5$ °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 (Fe^{2+}).

2. Определение содержания трёхвалентного железа (Fe^{3+}).

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 (Fe^{3+}).

Хранение. В защищённом от света месте.