**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Алюминий** |  | **ОФС.1.2.2.2.0001** |
|  |  | **Взамен ОФС.1.2.2.2.0001.15** |

|  |
| --- |
|  |

Методы определения алюминия основаны на использовании флуориметрии (метод 1), атомно-абсорбционной спектрофотометрии (метод 2), ВЭЖХ с флуориметрической детекцией (метод 3) и титриметрии (метод 4).

Испытание применяют для полуколичественного (метод 1) и количественного (методы 2–4) определения алюминия.

**Метод 1**

*Испытуемый раствор.* Раствор испытуемого образца, приготовленный, как указано в фармакопейной статье.

*Эталонный раствор.* Используют алюминия стандартный раствор, указанный в фармакопейной статье.

*Контрольный раствор.* Используют растворитель, указанный в фармакопейной статье.

Испытуемый раствор помещают в делительную воронку, встряхивают с двумя порциями, по 20 мл каждая, раствора 5 г/л гидроксихинолина в хлороформе, затем с 10 мл этого же раствора. После прибавления каждой порции хлороформные слои отделяют, собирая в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят объём раствора хлороформом до метки. Эталонный и контрольный растворы обрабатывают аналогично.

Измеряют интенсивность флуоресценции испытуемого (*I*1), эталонного (*I*2) и контрольного (*I*3) растворов при длине волны возбуждения 392 нм и длине волны флуоресценции 518 нм. Флуоресценция испытуемого раствора (*I*1 – *I*3) не должна превышать флуоресценцию эталонного раствора (*I*2 – *I*3).

**Метод 2**

Применяют для субстанций, предназначенных для использования в гемодиализе.

*Испытуемый раствор*. Если не указано иначе в фармакопейной статье, точную навеску испытуемого образца, соответствующую от 1,2 до 3,8 мкг алюминий-иона, помещают в пластиковую мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 50 мл воды для хроматографии и обрабатывают ультразвуком в течение 30 мин. Прибавляют 4 мл азотной кислоты концентрированной и доводят объём раствора водой для хроматографии до метки.

*Калибровочные растворы*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл алюминия стандартного раствора 100 мкг/мл и доводят объём водой для хроматографии до метки. В три мерные колбы вместимостью 100 мл помещают 1,0, 2,0 и 4,0 мл полученного раствора, соответственно, и доводят объёмы азотной кислоты 0,5 М раствором до метки (0,01, 0,02 и 0,04 мкг/мл алюминий-иона, соответственно).

Измеряют поглощение испытуемого и калибровочных растворов при 309,3 нм на атомно-абсорбционном спектрометре, оснащённом лампой с алюминиевым полым катодом, беспламенной электрической печью, используя азотной кислоты 0,5 М раствор в качестве контрольного раствора. Определяют концентрацию алюминия в испытуемом растворе по калибровочному графику, построенному по калибровочным растворам, и рассчитывают содержание алюминия в испытуемом образце.

**Метод 3**

*Подвижная фаза (ПФ).* Гидроксихинолина раствор в ацетонитриле 3 %—аммония ацетата раствор 0,2 М 1:1.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл раствора испытуемого образца, приготовленного, как указано в фармакопейной статье, прибавляют 10 мкл воды, содержащей не более 1 нг/мл алюминия, и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Калибровочные растворы алюминия.* В пять отдельных мерных колб вместимостью 20 мл помещают 0, 0,25, 0,5, 1,0 и 2,0 мл алюминия стандартного раствора 100 мкг/мл и доводят объём азотной кислоты 0,5 М раствором, содержащим не более 1 нг/мл алюминия, до метки (0, 1,25, 2,5, 5 и 10 мкг/мл алюминий-иона, соответственно). В пять отдельных мерных колб вместимостью 10 мл помещают по 1,0 мл воды, содержащей не более 1 нг/мл алюминия, 10 мкл одного из полученных калибровочных растворов алюминия и доводят объём ПФ до метки (0, 1,25, 2,5, 5 и 10 нг/мл алюминий-иона, соответственно).

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 150 × 4,6 мм, силикагель фенилсилильный для хроматографии, 5 мкм; |
| Температура колонки | 40 °С; |
| Скорость потока | подбирают таким образом, чтобы время удерживания комплекса алюминий-гидроксихинолин было около 9 мин; |
| Детектор | флуориметрический, возбуждение 380 нм, испускание 520 нм; |
| Объём пробы | 100 мкл. |

Строят калибровочный график зависимости площади пика Si от концентрации алюминия (нг/мл). Определяют параметры линейной регрессии (ОФС «Статистическая обработка результатов физических, физико-химических и химических испытаний»).

*Пригодность системы.* Коэффициент корреляции должен быть не менее 0,99. Относительное стандартное отклонение оптической плотности для каждого калибровочного раствора должно быть не более 2 % (3 ввода).

С помощью уравнения линейной регрессии находят концентрацию алюминия (нг/мл) в испытуемом растворе и испытуемом образце.

**Метод 4**

Определение проводят в соответствии с подразделом «Алюминий» ОФС «Комплексонометрическое титрование».