МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Висмута субнитрат** |  | **ФС.2.2.0052** |
| **Висмута субнитрат** |  |  |
| **Bismuthi subnitras** |  | **Взамен ФС 42-2374-98** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
| 4[Bi(OH)2NO3]·BiO(OH) |
| H8Bi4N4O20·HBiO2 | М.м. 1462,0 |
| [1304-85-4] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Дигидроксид-нитрат висмута(III)—гидроксид оксидовисмута(III) (4:1).

Cодержит не менее 71,0 % и не более 74,0 % висмута в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

**Описание.** Белый или почти белый порошок.

\*Гигроскопичен.

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

\*Растворяется с разложением в азотной кислоте и хлористоводородной кислоте.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*1.**Качественная реакция*. Субстанция должна давать характерные реакции А и Б на висмут (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

2. *Качественная реакция*. При прокаливании 0,5 г субстанции выделяются жёлто-коричневые пары, остаток приобретает ярко-жёлтый цвет.

ИСПЫТАНИЯ

**Кислотность**. Встряхивают 1,0 г субстанции с 15 мл воды в течение 10 мин и фильтруют. Для изменения окраски 10 мл фильтрата на розовую должно потребоваться не более 0,5 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида (индикатор – 0,5 мл 1 % раствора фенолфталеина).

**Вещества, не осаждаемые аммиаком**. Не более 1,0  %. Нагревают 1,0 г субстанции в смеси 2 мл воды и 4 мл азотной кислоты до растворения, охлаждают до комнатной температуры и доводят объём раствора водой до 20 мл. Прибавляют аммиака раствор концентрированный 25 % до щелочной реакции и фильтруют. Осадок на фильтре промывают водой 2 раза порциями по 5 мл, фильтрат с промывными водами выпаривают на водяной бане досуха. К сухому остатку прибавляют 0,3 мл серной кислоты разведённой 9,8 % и прокаливают. Вес остатка не должен превышать 10 мг.

**Потеря в массе при высушивании**. Не более 3,0 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют 2 г (точная навеска) субстанции.

**Карбонаты**. В 3 мл азотной кислоты 1 г субстанции должен растворяться без выделения пузырьков газа.

**Медь.** Не более 0,005 % (50 ppm). Определение проводят методом ААС (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 1,0 г (точная навеска) субстанции, прибавляют 2 мл азотной кислоты, свободной от свинца и при необходимости нагревают на водяной бане до полного растворения субстанции. Добавляют 10 мл воды и при встряхивании небольшими порциями 4,5 мл аммиака раствора 10%, свободного от свинца. Охлаждают до комнатной температуры и доводят объём раствора водой до метки. Повторно встряхивают и выдерживают до осаждения осадка. Используют прозрачную надосадочную жидкость.

Контрольный раствор готовят аналогично методике приготовления испытуемого раствора, но без субстанции.

*Калибровочные растворы меди*. Калибровочные растворы готовят соответствующими разведениями меди стандартного раствора 10 мкг/мл азотной кислоты, свободной от свинца раствором 37 % (о/о).

|  |  |
| --- | --- |
| Источник излучения | Лампа для определения меди с полым катодом; |
| Длина волны | 324,7 нм; |
| Атомизация | Воздушно-ацетиленовое пламя. |

Проводят основную коррекцию, используя дейтериевую лампу.

Определяют значения атомной абсорбции испытуемого раствора и калибровочных растворов. По калибровочной кривой рассчитывают содержание меди в субстанции.

**Мышьяк, теллур**. Прокаливают 1 г субстанции в фарфоровом тигле при температуре 700 °С до постоянной массы. Остаток растворяют в 5 мл хлористоводородной кислоты 25 % и далее испытание проводят в соответствии с ОФС «Мышьяк» (метод 2, способ А). Не должно быть жёлто-коричневого окрашивания (мышьяк) и почернения (теллур).

**Свинец**. Не более 0,002 % (20 ppm). Определение проводят методом ААС (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Испытуемый раствор:* см. раздел «Медь».

*Калибровочные растворы свинца*. Калибровочные растворы готовят соответствующими разведениями cвинца стандартного раствора 10 мкг/мл азотной кислоты, свободной от свинца раствором 37 % (о/о).

Источник излучения. Лампа для определения свинца с полым катодом;

Длина волны. 383,3 нм или 217 нм;

Атомизация. Воздушно-ацетиленовое пламя.

Проводят основную коррекцию, используя дейтериевую лампу.

Определяют значения атомной абсорбции испытуемого раствора и калибровочных растворов. По калибровочной кривой рассчитывают содержание свинца в субстанции.

**Серебро**. Не более 0,0025 % (25 ppm). Определение проводят методом ААС (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).

*Испытуемый раствор:* см. раздел «Медь».

*Калибровочные растворы серебра*. Калибровочные растворы готовят соответствующими разведениями серебра стандартного раствора 100 мкг/мл азотной кислоты, свободной от свинца раствором 37 % (о/о).

Источник излучения. Лампа для определения серебра с полым катодом;

Длина волны. 328,1 нм;

Атомизация. Воздушно-ацетиленовое пламя.

Проводят основную коррекцию, используя дейтериевую лампу.

Определяют значения атомной абсорбции испытуемого раствора и калибровочных растворов. По калибровочной кривой рассчитывают содержание серебра в субстанции.

**Соли аммония**. При кипячении 1 г субстанции с 5 мл натрия гидроксида раствора 1 М, пары не должны менять цвет увлажнённой красной лакмусовой бумаги на синий.

**Сульфаты**. К 5 мл испытуемого раствора прибавляют 0,5 мл бария нитрата раствора 5 %; раствор должен остаться прозрачным.

*Испытуемый раствор*. В 4 мл азотной кислоты концентрированной при нагревании растворяют 3 г субстанции, полученный раствор вливают в 100 мл воды, выпавший осадок отфильтровывают и промывают 2 раза порциями по 5 мл воды. Фильтрат с промывными водами упаривают до объёма 30 мл и фильтруют. К 5 мл полученному фильтрату прибавляют аммиака раствор 10 % до pH 10 по универсальной индикаторной бумаге.

**Хлориды**. Не более 0,05 % (ОФС «Хлориды»). Растворяют 0,4 г субстанции в 5 мл азотной кислоты и доводят объём раствора водой до 100 мл. Полученный раствор должен выдерживать испытание на хлориды.

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

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

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом титриметрии (ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).

Растворяют 0,2 г (точная навеска) субстанции в 6 мл горячей азотной кислоты, прибавляют 300 мл воды и титруют при взбалтывании 0,05 М раствором натрия эдетата до жёлтого окрашивания (индикатор – 0,25 мл раствора ксиленолового оранжевого или 0,3 мл раствора пирокатехинового фиолетового).

Параллельно проводят контрольный опыт.

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

ХРАНЕНИЕ

В плотно укупоренной упаковке.

\*Приводится для информации.