**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
| ФС.0.0.0000 |
| **КАЛЬЦИЯ СИЛИКАТ** |
| *Calcii silicas* |
| Calcium silicate |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Кальция силикат, кристаллический или аморфный, представляет собой соединение кальция оксида и кремния диоксида.

*Содержание:*

- кальция оксид (CaO; *M*r 56,08): не менее 4,0 % и не менее 90,0 % и не более 110,0 % от количества, заявленного на этикетке, или в пределах, указанных на этикетке;

- кремния диоксид (SiO2; *M*r 60,1): не менее 35,0 % и не менее 90,0 % и не более 110,0 % от количества, заявленного на этикетке, или в пределах, указанных на этикетке.

СВОЙСТВА

**Описание.** Белый или почти белый легкотекучий порошок, который остаётся таким после поглощения больших количеств воды или других жидкостей.

**Растворимость.** Практически нерастворим в воде.

Образует гель с минеральными кислотами.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

А. **Качественная реакция**

0,5 г испытуемого образца смешивают с 10 мл *хлористоводородной кислоты раствора 3 М*, фильтруют и нейтрализуют фильтрат по *лакмусовой бумаге синей* *аммиака раствором 6 М*. Нейтрализованный фильтрат даёт реакцию А на кальций *(ОФС «Общие реакции на подлинность»).*

Б. **Качественная реакция**

Готовят каплю путём плавления нескольких кристаллов *натрия аммония фосфата тетрагидрата* на платиновой петле в пламени газовой горелки. Помещают горячую прозрачную каплю в контакт с испытуемым образцом и снова плавят. Кремния диоксид плавает в грануле, образуя при охлаждении непрозрачную каплю, имеющую паутинообразную структуру.

ИСПЫТАНИЯ

**pH** *(ОФС «Ионометрия», метод 3).* От 8,4 до 11,2.

1,0 г испытуемого образца диспергируют в 20 мл *воды* и тщательно перемешивают полученную суспензию.

**Свинец.** Не более 10 мкг/г. Метод ААС *(ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия»).*

*Раствор азотной кислоты.* Доводят 42 мл азотной кислоты 65 % [7697-37-2] *водой* до 1000 мл.

*Раствор модификатора.* Доводят 1,0 мл палладия нитрата раствора (1 % Pd, кат. № RCMMPD10KN-50, VWR) и 100 мкл магния нитрата раствора (2 % Mg, кат. № RCMMMG20KN-50, VWR) *водой* до объёма 20 мл и перемешивают.

*Испытуемый раствор.* 2,0 г испытуемого образца помещают в химический стакан вместимостью 150 мл, смешивают с 50 мл раствора азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и кипятят в течение 20 мин, охлаждают, с помощью вакуума пропускают раствор через стеклянный фильтр из микроволокна с размером пор 1 мкм и промывают фильтр *водой* несколько раз. Доводят объём фильтрата *водой* до 100 мл.

*Исходный стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 250 мл помещают 0,400 г *свинца нитрата,* растворяют в *азотной кислоты 0,5 М растворе* и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор свинца 1 мкг/мл.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 100 мкл исходного стандартного раствора и доводят объём раствора *водой* до метки.

*Калибровочный раствор (а).* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 50 мл раствора азотной кислоты и доводят объём раствора *водой* до метки.

*Калибровочный раствор (б).* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл стандартного раствора свинца 1 мкг/мл и 50 мл раствора азотной кислоты и доводят объём раствора *водой* до метки.

*Калибровочный раствор (в).* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5,0 мл стандартного раствора свинца 1 мкг/мл и 50 мл раствора азотной кислоты и доводят объём раствора *водой* до метки.

*Условия определения:*

- *источник излучения:* лампа для определения свинца с полым катодом;

- *длина волны:* 283,3 нм;

- *атомизация:* графитовая печь, газ – аргон;

- *объём вводимой пробы:* 20 мкл испытуемого и калибровочных растворов и 10 мкл раствора модификатора;

- *температура инжектора:* 20 °С.

*Программа печи*

|  |  |
| --- | --- |
| **Стадия** | **Температура, °С** |
| Высушивание | 110 |
| Высушивание | 130 |
| Пиролиз | 950 |
| Атомизация | 1800 |
| Очистка | 2450 |

*Параметры пригодности системы:*

- *коэффициент корреляции*: не менее 0,99 (для испытуемого раствора);

- *воспроизводимость*: не менее 85 % и не более 115 % (для калибровочного раствора (в).

Определяют значения атомной абсорбции испытуемого раствора и калибровочных растворов. По калибровочной кривой определяют концентрацию свинца в испытуемом растворе.

Содержание свинца в мкг/г (*X*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *С* | – | содержание свинца, определённое по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | *V* | − | объём испытуемого раствора, мл; |
|  | *a* | – | навеска испытуемого образца, г. |

**Фториды.** Не более 50 мкг/г.

Все растворы хранят в упаковках из политетрафторэтилена.

*Буферный раствор для регулирования ионной силы.* К 250 мл *воды* прибавляют 42 мл *хлористоводородной кислоты*, 121 г *трис(гидроксиметил)аминометана*, 115 г *натрия тартрата*, перемешивают до растворения и доводят объём раствора *водой* до 500 мл.

*Испытуемый раствор.* 2,0 г испытуемого образца помещают в стакан из политетрафторэтилена вместимостью 100 мл, прибавляют 20 мл *воды* и 2,0 мл *хлористоводородной кислоты*, накрывают часовым стеклом и нагревают до интенсивного кипения в течение 1 мин, постоянно перемешивая на магнитной мешалке. Полученную суспензию охлаждают, переносят в стакан из политетрафторэтилена, прибавляют 25 мл раствора 294 г/л *натрия цитрата*, доводят рН раствора *аммиака раствором* или *хлористоводородной кислотой* до 5–6, прибавляют 50 мл буферного раствора для регулирования ионной силы и доводят *водой* до 100 мл.

*Стандартный раствор.* 22,1 мг *натрия фторида* растворяют в *воде* и доводят объём раствора тем же растворителем до 100 мл. Полученный раствор содержит 100 мкг/мл фторид-иона.

Используют фторид-селективный индикаторный электрод и подходящий электрод сравнения, соединённый с рН-метром, способным измерять потенциалы с воспроизводимостью ±0,2 мВ.

*Линейка калибровочных растворов.* Получают линейку калибровочных растворов, содержащих 0 мкг/мл, 0,10 мкг/мл, 0,20 мкг/мл и 0,40 мкг/мл фторид-иона. В пластиковый стакан помещают 23 мл *воды*, 2 мл *хлористоводородной кислоты* и 25 мл раствора 294 г/л *натрия цитрата,* доводят рН раствора *аммиака раствором* или *хлористоводородной кислотой* до 5–6 и доводят объём раствора буферным раствором для регулирования ионной силы до 100 мл. Помещают электрод в раствор, перемешивают в течение не менее 15 мин и записывают потенциал стандартного раствора, содержащего 0 мкг/мл фторида. После стабилизации электрода прибавляют 100 мкл стандартного раствора и перемешивают. Стабилизируют электрод в течение 5 мин и измеряют потенциал стандартного раствора, содержащего 0,10 мкг/мл фторид-иона. Аналогичным образом прибавляют 100 мкл и 200 мкл стандартного раствора и записывают потенциал стандартных растворов, содержащих 0,20 мкг/мл и 0,40 мкг/мл фторид-ионов соответственно. После каждого прибавления перемешивают раствор в течение 5 мин.

*Анализ.* Помещают калиброванный электрод в испытуемый раствор, перемешивают в течение 5 мин и проводят измерение. Из полученных значений потенциалов испытуемого раствора и линейки калибровочных растворов определяют концентрацию фторид-ионов в испытуемом растворе в мкг/мл.

Содержание фторида в мкг/г (*X*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *С* | – | содержание фторид-ионов, определённое по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | *V* | − | объём испытуемого раствора, мл; |
|  | *a* | – | навеска испытуемого образца, г. |

**Потеря в массе при прокаливании** *(ОФС «Потеря в массе при прокаливании»).* Не более 20,0 %.

1,000 г испытуемого образца высушивают при температуре 105 °С в течение 2 ч и прокаливают до постоянной массы при температуре (900±25) °С.

**Отношение содержания кремния диоксида к содержанию кальция оксида.** От 0,5 до 20. Делят процентное содержание кремния диоксида, полученное в испытании «Количественное определение. Кремния диоксид» на процентное содержание кальция оксида, полученное в испытании «Количественное определение. Кальция оксид».

**Сумма содержания кальция оксида, кремния диоксида и потери в массе при прокаливании.** Сумма значений, полученных в данных трёх испытаниях, должна быть не менее 90,0 %.

**Микробиологическая чистота**. Испытуемый образец должен выдерживать требования испытания на микробиологическую чистоту.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

А. **Кремния диоксид**

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
| **Навеска испытуемого образца, мг** | **Содержание кальция оксида, %** |
| 400 | >25 |
| 600 | 11–25 |
| 1000 | 4–10 |

Навеску испытуемого образца, приведённую в таблице 1, в зависимости от содержания кальция оксида помещают в химический стакан, прибавляют 5 мл *воды* и 10 мл *хлорной кислоты* и нагревают до выделения густых белых паров хлорной кислоты. Накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание в течение 2 ч. Охлаждают раствор, прибавляют 30 мл *воды*, фильтруют и промывают осадок 200 мл горячей *воды*. Фильтрат и промывные воды объединяют и сохраняют для проведения количественного определения кальция оксида. Переносят фильтровальную бумагу с её содержимым в платиновый тигель, медленно нагревают до высушивания, затем нагревают до обугливания фильтровальной бумаги. Прокаливают до постоянной массы при температуре 900–1000 °С. Смачивают остаток 5 каплями *хлорной кислоты*, прибавляют 15 мл *фтористоводородной кислоты*, осторожно нагревают до полного улетучивания кислоты и прокаливают до постоянной массы при температуре не менее 1000 °С. Охлаждают остаток в эксикаторе и взвешивают. Потеря в массе соответствует массе кремния диоксида.

Б. **Кальция оксид.** Титриметрия. *(ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).*

Объединённые фильтрат и промывные воды, полученные в испытании «Кремния диоксид», нейтрализуют по лакмусу *натрия гидроксида раствором 1 М,* прибавляют при перемешивании 10 мл *0,05 М раствора натрия эдетата* из бюретки объёмом 50 мл, 15 мл *натрия гидроксида раствора 1 М*, 0,3 г *гидроксинафтолового синего натриевой соли* и продолжают титрование *0,05 М раствором натрия эдетата* до появления синего окрашивания.

Содержание кальция оксида в испытуемом образце в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *V* | − | объём *0,05 М раствора натрия эдетата*, израсходованный на титрование, мл; |
|  |  | – | навеска испытуемого образца, мг; |
|  | *К* | − | поправочный коэффициент *0,05 М раствора натрия эдетата*; |
|  | *56,08* | − | количество кальция оксида, мг, соответствующее 1 мл *0,05 М раствора натрия эдетата*. |

ХРАНЕНИЕ

В хорошо укупоренной упаковке.