

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0012

ТЯЖЁЛЫЕ МЕТАЛЛЫ

В методах, описанных ниже, используют *тиоацетамида реактив* (кроме методов 1 и 3А). Допускается использование *натрия сульфида водно-глицеринового раствора* (0,1 мл). Если указанная в фармакопейной статье методика разработана с использованием *тиоацетамида реактива*, но вместо него используют *натрия сульфида водно-глицериновый раствор*, то для методов 4, 5 и 11 необходимо включить проверочный раствор, приготовленный из такого же количества испытуемого образца, что и при приготовлении испытуемого раствора, к которому прибавляют такой же объём свинца стандартного раствора, что и при приготовлении раствора сравнения. Результаты испытания считают достоверными, если интенсивность окраски проверочного раствора равна или превышает интенсивность окраски раствора сравнения.

МЕТОД 1

Испытуемый раствор. 10 мл раствора испытуемого образца, приготовленного, как указано в фармакопейной статье.

Раствор сравнения. Смесь 2 мл свинца стандартного раствора 5 мкг/мл и 8 мл воды.

Контрольный раствор. 10 мл воды.

Примечание: если при приготовлении испытуемого раствора используется органический растворитель, то раствор сравнения, контрольный и стандартный растворы готовят с использованием того же растворителя.

К каждому раствору прибавляют по 1 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*, 2 капли *натрия сульфида раствора 2 %*, перемешивают и через 1 мин сравнивают окраску растворов.

В сравниваемых растворах допустима слабая опалесценция от выделившейся серы.

Требование: интенсивность окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

МЕТОД 2

Испытуемый раствор. 10 мл раствора испытуемого образца, приготовленного, как указано в фармакопейной статье.

Раствор сравнения. Смесь 2 мл свинца стандартного раствора 5 мкг/мл и 8 мл воды.

Контрольный раствор. 10 мл воды.

Примечание: если при приготовлении испытуемого раствора используется органический растворитель, то раствор сравнения, контрольный и стандартный растворы готовят с использованием того же растворителя.

К каждому раствору прибавляют по 2 мл *буферного раствора pH 3,5*, перемешивают, прибавляют по 1 мл *тиоацетамида реактива*, перемешивают и через 2 мин сравнивают окраску растворов.

Требование: интенсивность окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

МЕТОД 3А

Испытуемый раствор. Зольный остаток, полученный после сжигания 1,0 г (если не указано иначе в фармакопейной статье) испытуемого образца в присутствии *серной кислоты концентрированной*, обрабатывают при нагревании на сетке 2 мл *аммония ацетата насыщенного раствора*, нейтрализованного *натрия гидроксида раствором 10 %*, прибавляют 3 мл *воды* и фильтруют в пробирку через беззольный фильтр, предварительно промытый *уксусной кислотой раствором 1 %*, а затем горячей *водой*. Тигель и фильтр промывают 5 мл *воды*, пропуская её через тот же фильтр в ту же пробирку.

Раствор сравнения 1. В тигель помещают *серную кислоту концентрированную* в количестве, взятом для сжигания испытуемого образца, далее поступают как с испытуемым образцом, но промывание тигля и фильтра

производят лишь 3 мл *воды*, после чего к фильтрату прибавляют 2 мл *свинца стандартного раствора 5 мкг/мл*.

Раствор сравнения 2. В тигель помещают *серную кислоту концентрированную* в количестве, взятом для сжигания испытуемого образца, и далее поступают как с испытуемым образцом, но промывание тигля и фильтра производят лишь 3 мл *воды*, после чего к фильтрату прибавляют 2 мл *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*.

Контрольный раствор. Готовят так же, как и испытуемый раствор, но без испытуемого образца.

К каждому раствору прибавляют по 1 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*, 2 капли *натрия сульфида раствора 2 %*, перемешивают и через 1 мин сравнивают окраску растворов.

В сравниваемых растворах допустима слабая опалесценция от выделившейся серы.

Требование: интенсивность окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения. Номер раствора сравнения должен быть указан в фармакопейной статье.

МЕТОД ЗБ

Испытуемый раствор. Зольный остаток, полученный после сжигания 1,0 г (если не указано иначе в фармакопейной статье) испытуемого образца в присутствии *серной кислоты концентрированной*, обрабатывают при нагревании на сетке 2 мл *аммония ацетата насыщенного раствора*, нейтрализованного *натрия гидроксида раствором 10 %*, прибавляют 3 мл *воды* и фильтруют в пробирку через беззольный фильтр, предварительно промытый *уксусной кислоты раствором 1 %*, а затем горячей *водой*. Тигель и фильтр промывают 5 мл *воды*, пропуская её через тот же фильтр в ту же пробирку.

Раствор сравнения 1. В тигель помещают *серную кислоту концентрированную* в количестве, взятом для сжигания испытуемого образца, и далее поступают как с испытуемым образцом, но промывание тигля и

фильтра производят лишь 3 мл *воды*, после чего к фильтрату прибавляют 2 мл *свинца стандартного раствора 5 мкг/мл*.

Раствор сравнения 2. В тигель помещают *серную кислоту концентрированную* в количестве, взятом для сжигания испытуемого образца, и далее поступают как с испытуемым образцом, но промывание тигля и фильтра производят лишь 3 мл *воды*, после чего к фильтрату прибавляют 2 мл *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*.

Контрольный раствор. Готовят так же, как и испытуемый раствор, но без испытуемого образца.

К каждому раствору прибавляют по 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют по 1 мл *тиоацетамида реактива*, перемешивают и через 2 мин сравнивают окраску растворов.

Требование: интенсивность окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения. Номер раствора сравнения должен быть указан в фармакопейной статье.

МЕТОД 4

Испытуемый раствор. 12 мл раствора указанного в фармакопейной статье испытуемого образца.

Раствор сравнения. Смесь 10 мл *свинца стандартного раствора 1 мкг/мл* или *свинца стандартного раствора 2 мкг/мл*, указанного в фармакопейной статье, и 2 мл раствора указанного в фармакопейной статье испытуемого образца.

Контрольный раствор. Смесь 10 мл *воды* и 2 мл раствора указанного в фармакопейной статье испытуемого образца.

К каждому раствору прибавляют 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Через 2 мин сравнивают окраску полученных растворов.

Пригодность системы. Раствор сравнения должен иметь светло-коричневую окраску по сравнению с контрольным раствором.

Требование: интенсивность коричневой окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

При затруднении в однозначной оценке результата растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

МЕТОД 5

Испытуемый раствор. 12 мл указанного в фармакопейной статье раствора испытуемого образца, приготовленного с использованием органического растворителя, содержащего минимальное количество воды (например, диоксан или ацетон, содержащие 15 % воды).

Раствор сравнения. Смесь 10 мл *свинца стандартного раствора* (1 мкг/мл или 2 мкг/мл), указанного в фармакопейной статье, и 2 мл указанного в фармакопейной статье раствора испытуемого образца в органическом растворителе. *Свинца стандартный раствор* (1 мкг/мл или 2 мкг/мл) готовят путём разведения *свинца стандартного раствора* 100 мкг/мл органическим растворителем, используемым для растворения испытуемого образца.

Контрольный раствор. Смесь 10 мл растворителя, используемого для приготовления испытуемого раствора, и 2 мл указанного в фармакопейной статье раствора испытуемого образца в органическом растворителе.

К каждому раствору прибавляют 2,0 мл *буферного раствора pH 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Через 2 мин сравнивают окраску полученных растворов.

Пригодность системы. Раствор сравнения должен иметь светло-коричневую окраску по сравнению с контрольным раствором.

Требование: интенсивность коричневой окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

При затруднении в однозначной оценке результата растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

МЕТОД 6

Испытуемый раствор. В кварцевый тигель помещают указанное в фармакопейной статье количество испытуемого образца (не более 2 г), прибавляют 4 мл *магния сульфата раствора 25 % в серной кислоты растворе 9,8 %*, перемешивают тонкой стеклянной палочкой и осторожно нагревают. Если смесь жидкая, осторожно упаривают досуха на водяной бане, затем постепенно нагревают до обугливания и продолжают нагревание до получения почти белого или, в крайнем случае, сероватого остатка. Прокаливание проводят при температуре не выше 800 °С. Полученный остаток охлаждают, смачивают несколькими каплями *серной кислоты раствора 9,8 %*, выпаривают досуха, повторно прокаливают и охлаждают. Общее время прокаливания не должно превышать 2 ч. Полученный остаток из тигля количественно переносят в подходящую ёмкость двумя порциями по 5 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*, прибавляют 0,1 мл *фенолфталеина раствора 0,1 %*, затем осторожно прибавляют *аммиака раствор концентрированный 25 %* до появления розового окрашивания. Охлаждают, прибавляют *уксусную кислоту ледяную* до обесцвечивания раствора и дополнительно прибавляют 0,5 мл *уксусной кислоты ледяной*. При необходимости фильтруют и промывают фильтр *водой*. Доводят объём раствора *водой* до 20 мл.

Раствор сравнения. Готовят, как описано для испытуемого раствора, используя вместо испытуемого образца указанный в фармакопейной статье объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*. К 10 мл полученного раствора прибавляют 2 мл испытуемого раствора.

Проверочный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, предварительно прибавляя к испытуемому образцу объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*, указанный в фармакопейной статье для приготовления раствора сравнения. К 10 мл полученного раствора прибавляют 2 мл испытуемого раствора.

Контрольный раствор. Смесь 10 мл *воды* и 2 мл испытуемого раствора.

К 12 мл каждого раствора прибавляют по 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Через 2 мин сравнивают окраску полученных растворов.

Пригодность системы:

- раствор сравнения должен иметь светло-коричневую окраску по сравнению с контрольным раствором;
- интенсивность окраски проверочного раствора должна быть равна или должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

Требование: интенсивность коричневой окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

При затруднении в оценке результата растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

МЕТОД 7

Испытуемый раствор. В кварцевом тигле тщательно смешивают количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье, с 0,5 г *магния оксида*, прокаливают при слабом красном калении до получения однородного остатка белого или серовато-белого цвета. Если после 30 мин прокаливания смесь остаётся окрашенной, тигель охлаждают, содержимое перемешивают тонкой стеклянной палочкой и повторяют прокаливание. При

необходимости операцию повторяют. Нагревают при температуре 800 °С в течение 1 ч. Остаток из тигля количественно переносят в подходящую ёмкость двумя порциями, каждая по 5 мл, смесью равных объёмов *хлористоводородной кислоты 25 %* и *воды*, прибавляют 0,1 мл *фенолфталеина раствора 0,1 %*, затем осторожно прибавляют *аммиака раствор концентрированный 25 %* до появления розового окрашивания. Охлаждают, прибавляют *уксусную кислоту ледяную* до обесцвечивания раствора и дополнительно прибавляют 0,5 мл *уксусной кислоты ледяной*. При необходимости фильтруют и промывают фильтр *водой*. Доводят объём раствора *водой* до 20 мл.

Раствор сравнения. Готовят, как описано для испытуемого раствора, используя вместо испытуемого образца указанный в фармакопейной статье объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*; высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 105 °С. К 10 мл полученного раствора прибавляют 2 мл испытуемого раствора.

Проверочный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, прибавляя к испытуемому образцу объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*, указанный в фармакопейной статье для приготовления раствора сравнения; высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 105 °С. К 10 мл полученного раствора прибавляют 2 мл испытуемого раствора.

Контрольный раствор. Смесь 10 мл *воды* и 2 мл испытуемого раствора.

К 12 мл каждого раствора прибавляют по 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Через 2 мин сравнивают окраску полученных растворов.

Пригодность системы:

- раствор сравнения должен иметь светло-коричневую окраску по сравнению с контрольным раствором;
- интенсивность окраски проверочного раствора должна быть равна или должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

Требование: интенсивность коричневой окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

При затруднении в однозначной оценке результата растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

МЕТОД 8

Испытуемый раствор. Количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье, растворяют в 30 мл *воды* или в объёме *воды*, указанном в фармакопейной статье.

Раствор сравнения. Указанный объём *свинца стандартного раствора* 1 мкг/мл разводят до объёма испытуемого раствора, при отсутствии других указаний в фармакопейной статье.

Подготавливают прибор для фильтрации. В держатель мембранного фильтра (размер пор – 3 мкм), сверху которого помещён предфильтр, устанавливают шприц вместимостью 50 мл без поршня (Рисунок 1).

Испытуемый раствор помещают в шприц, устанавливают поршень на место и равномерно надавливают на него до тех пор, пока вся жидкость не будет отфильтрована. Открывают держатель, извлекают предфильтр и проверяют отсутствие примесей на мембранном фильтре. В противном случае его заменяют другим мембранным фильтром и операцию повторяют в тех же условиях.



Рисунок 1 – *Прибор для определения тяжёлых металлов методом 8*
Размеры указаны в миллиметрах

К полученному предфильтрату или к указанному объёму предфильтрата прибавляют 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива*, немедленно перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем снова фильтруют, как описано выше, но расположение фильтров изменяют так, чтобы жидкость сначала проходила через мембранный фильтр, а затем – через предфильтр (Рисунок 1). Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. После завершения фильтрации открывают держатель, снимают мембранный фильтр и высушивают его с помощью фильтровальной бумаги.

Параллельно в условиях, указанных для испытуемого раствора, проводят испытание с раствором сравнения.

Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

Требование: интенсивность коричневой окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрации испытуемого раствора, не должна превышать

интенсивность окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрования раствора сравнения.

МЕТОД 9

Испытуемый раствор. Количество или объём испытуемого образца, указанные в фармакопейной статье, помещают в чистую сухую длинногорлую колбу Кьельдаля вместимостью 100 мл (в случае интенсивного пенообразования необходимо использовать колбу вместимостью 300 мл). Колбу закрепляют под углом 45°. Если испытуемый образец представляет собой твёрдое вещество, то прибавляют смесь 8 мл *серной кислоты концентрированной* и 10 мл *азотной кислоты концентрированной* в количестве, достаточном для полного смачивания испытуемого образца. Если испытуемый образец представляет собой жидкость, прибавляют несколько миллилитров вышеуказанной смеси кислот. Осторожно нагревают до начала реакции. После прекращения реакции прибавляют дополнительные порции смеси кислот, нагревая после каждого прибавления. Операцию повторяют до тех пор, пока объём добавленной смеси кислот не достигнет 18 мл. Усиливают нагревание и осторожно кипятят до потемнения раствора. Охлаждают, прибавляют 2 мл *азотной кислоты концентрированной* и снова нагревают до потемнения раствора. Продолжают нагревание с последующим прибавлением *азотной кислоты концентрированной* до прекращения дальнейшего потемнения раствора, затем сильно нагревают до появления плотных белых паров. Охлаждают, осторожно прибавляют 5 мл *воды*, осторожно кипятят до появления плотных белых паров и продолжают нагревание до получения остатка объёмом 2–3 мл. Охлаждают, осторожно прибавляют 5 мл *воды* и определяют окраску раствора. Если раствор имеет жёлтую окраску, осторожно прибавляют 1 мл *водорода пероксида* и снова нагревают до появления плотных белых паров и получения остатка объёмом 2–3 мл. Если окраска раствора все ещё жёлтая, то повторяют прибавление 5 мл *воды* и 1 мл *водорода*

пероксида до *обесцвечивания* раствора.

Охлаждают, осторожно разводят *водой* и переносят в пробирку вместимостью 50 мл, контролируя, чтобы общий объём раствора не превышал 25 мл. Доводят рН раствора до значения 3,0–4,0 *аммиака раствором концентрированным 25 %* (при приближении к указанному значению рН можно использовать *аммиака раствор 10 %*), используя в качестве внешнего индикатора индикаторную бумагу с узким диапазоном значений рН, затем доводят объём раствора *водой* до 40 мл и перемешивают. Прибавляют 2 мл буферного раствора рН 3,5, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Доводят объём раствора *водой* до 50 мл, перемешивают.

Раствор сравнения. Готовят параллельно в таких же условиях, как описано для испытуемого раствора, используя вместо испытуемого образца указанный в фармакопейной статье объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*.

Проверочный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, прибавляя к испытуемому образцу объём *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*, указанный в фармакопейной статье для приготовления раствора сравнения.

Контрольный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, но без добавления испытуемого образца.

Через 2 мин сравнивают окраску полученных растворов при рассеянном дневном свете, просматривая их сверху вдоль вертикальной оси пробирок на матово-белом фоне.

Пригодность системы:

- раствор сравнения должен иметь коричневую окраску по сравнению с контрольным раствором;
- интенсивность окраски проверочного раствора должна быть равна или должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

Требование: интенсивность коричневой окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивность окраски раствора сравнения.

При затруднении в однозначной оценке результата растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

МЕТОД 10

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ! *При использовании сосудов для разложения под высоким давлением необходимо соблюдать меры предосторожности и инструкции по эксплуатации, предоставляемые производителем. Циклы сжигания должны быть разработаны в зависимости от типа используемой микроволновой печи (например, микроволновые печи с контролем мощности, микроволновые печи с контролем температуры или печи высокого давления). Цикл сжигания должен соответствовать требованиям инструкции производителя. Цикл сжигания считают пригодным, если получается прозрачный раствор.*

Испытуемый раствор. Количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье (не более 0,5 г), помещают в подходящий чистый химический стакан. Последовательно прибавляют 2,7 мл *серной кислоты концентрированной*, 3,3 мл *азотной кислоты концентрированной* и 2,0 мл *водорода пероксида*, перемешивая компоненты с использованием магнитной мешалки, прибавляя каждый последующий реактив после того, как испытуемый образец полностью прореагирует с предыдущим реактивом. Полученную смесь переносят в сухой реакционный сосуд, устойчивый к высокому давлению (например, из фторполимера или кварцевого стекла).

Раствор сравнения. Готовят, как описано для испытуемого раствора, используя вместо испытуемого образца указанный объем *свинца стандартного раствора 10 мкг/мл*.

Проверочный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, прибавляя к испытуемому образцу объём *свинца стандартного раствора* 10 мкг/мл, указанный в фармакопейной статье для приготовления раствора сравнения.

Контрольный раствор. Готовят, как описано для испытуемого раствора, но без добавления испытуемого образца.

Сосуды закрывают крышкой и помещают в лабораторную микроволновую печь. Проводят сжигание, используя последовательно две подходящие программы. В зависимости от типа используемой микроволновой печи разрабатывают многоступенчатые программы для контроля процесса реакции, мониторинга давления, температуры или мощности. После завершения первой программы реакционные сосуды охлаждают, перед тем как их открыть. К содержимому каждого сосуда прибавляют 2,0 мл *водорода пероксида*, снова закрывают и продолжают сжигание с использованием второй программы. После завершения второй программы реакционные сосуды охлаждают, перед тем как их открыть. При необходимости получения прозрачного раствора повторно прибавляют *водорода пероксид* и проводят сжигание, используя вторую программу.

Охлаждают, осторожно разводят содержимое каждого сосуда *водой*, переносят в колбу, ополаскивая сосуд *водой*, и следят за тем, чтобы общий объём раствора не превышал 25 мл. Доводят значение рН растворов до 3,0–4,0 *аммиака раствором концентрированным 25 %* (при приближении к указанному значению рН можно использовать *аммиака раствор 10 %*) с использованием в качестве внешнего индикатора индикаторной бумаги с узким интервалом значений рН. Во избежание нагревания растворов используют ледяную баню и магнитную мешалку. Доводят объёмы растворов *водой* до 40 мл и перемешивают. Прибавляют по 2 мл *буферного раствора рН 3,5*, перемешивают, прибавляют 1,2 мл *тиоацетамида реактива* и немедленно перемешивают. Доводят объёмы полученных растворов *водой* до 50 мл и оставляют на 2 мин.

Растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Фильтрацию проводят медленно и равномерно при умеренном и постоянном давлении на поршень. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтрации разных растворов.

Пригодность системы:

– пятно, полученное после фильтрации раствора сравнения, должно быть окрашено в коричневый цвет по сравнению с пятном, полученным после фильтрации контрольного раствора;

– интенсивность окраски пятна, полученного после фильтрации проверочного раствора должна быть равна или должна превышать интенсивность окраски пятна, полученного после фильтрации раствора сравнения.

Требование: интенсивность коричневой окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрации испытуемого раствора, не должна превышать интенсивность окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрации раствора сравнения.

МЕТОД 11

Испытуемый раствор. Количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье, растворяют в 20 мл указанного в фармакопейной статье растворителя или смеси растворителей.

Раствор сравнения. Указанный в фармакопейной статье объем *свинца стандартного раствора* 10 мкг/мл доводят указанным растворителем или смесью растворителей до 20 мл.

Контрольный раствор. 20 мл указанного в фармакопейной статье растворителя или смеси растворителей.

К каждому раствору прибавляют по 2 мл *буферного раствора рН 3,5* и перемешивают. В случае выпадения осадка необходимо провести повторное растворение в определенном объеме растворителя, как указано в фармакопейной статье. Каждый полученный раствор прибавляют к 1,2 мл

тиоацетамида реактива, немедленно перемешивают и оставляют на 2 мин.

Растворы фильтруют через подходящий мембранный фильтр с номинальным размером пор 0,45 мкм. Сравнивают пятна на фильтрах, полученные при фильтровании разных растворов.

Пригодность системы. Пятно, полученное после фильтрования раствора сравнения, должно быть окрашено в коричневато-чёрный цвет по сравнению с пятном, полученным после фильтрования контрольного раствора.

Требование: интенсивность коричневато-чёрной окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрования испытуемого раствора, не должна превышать интенсивность окраски пятна, полученного на фильтре после фильтрования раствора сравнения.