

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0003

КАЛЬЦИЙ

МЕТОД 1

Для приготовления всех растворов, применяемых в данном испытании, необходимо использовать воду дистиллированную Р.

К 0,2 мл кальция стандартного раствора спиртового (100 ppm Ca) Р прибавляют 1 мл аммония оксалата раствора Р. Через 1 мин прибавляют смесь 1 мл уксусной кислоты разбавленной Р и 15 мл указанного в фармакопейной статье раствора или раствора, содержащего указанную навеску испытуемого образца, взбалтывают.

Готовят таким же образом раствор сравнения, используя смесь 10 мл кальция стандартного раствора (10 ppm Ca) Р, 1 мл уксусной кислоты разбавленной Р и 5 мл воды дистиллированной Р.

Через 15 мин любая опалесценция испытуемого раствора не должна быть интенсивнее опалесценции раствора сравнения.

МЕТОД 2

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

Раствор сравнения. 10 мл кальция стандартного раствора 30 мкг/мл.

К испытуемому раствору и раствору сравнения прибавляют по 1 мл аммония хлорида раствора 10 %, 1 мл амиака раствора 10 % и 1 мл аммония оксалата раствора 4 %, перемешивают.

Через 10 мин сравнивают опалесценцию растворов. Опалесценция, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать опалесценцию раствора сравнения.

МЕТОД 3

Раствор лантана(III) хлорида. К 58,65 г лантана(III) оксида медленно и осторожно прибавляют 100 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и нагревают до кипения. Затем раствор охлаждают и доводят объём раствора водой до 1000 мл.

Испытуемый раствор. В тефлоновую чашку помещают указанную в фармакопейной статье навеску испытуемого образца, прибавляют 5 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 5 мл азотной кислоты, свободной от свинца, 5 мл хлорной кислоты и осторожно перемешивают. Затем прибавляют 35 мл фтористоводородной кислоты и медленно выпаривают досуха. К остатку прибавляют 5 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, накрывают чашку часовым стеклом и нагревают до кипения. После охлаждения часовое стекло и чашку промывают водой, сливая полученный раствор в мерную колбу объёмом 50 мл и доводят объём раствора водой до метки (раствор А). 5,0 мл раствора А помещают в мерную колбу объёмом 100 мл, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 10 мл раствора лантана(III) хлорида и доводят объём раствора водой до метки.

Параллельно готовят контрольный раствор, с использованием тех же реагентов, за исключением испытуемого образца.

Растворы сравнения (1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мкг/мл). В 4 мерные колбы объёмом 100 мл, содержащие по 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 10 мл раствора лантана(III) хлорида, помещают 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мл кальция стандартного раствора 100 мкг/мл, соответственно, и доводят объёмы растворов водой до метки. Растворы используют свежеприготовленными.

Проводят не менее трёх измерений атомной абсорбции или эмиссии растворов сравнения и испытуемого раствора при длине волны 422,7 нм или 239,85 нм, используя пламя закись азота–ацетилен и лампу с полым

кальциевым катодом в качестве источника излучения. За результат принимают среднее из трёх измерений. Допускается использовать пламя воздух–ацетилен. Концентрацию кальция в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по растворам сравнения с вычитанием сигнала холостого раствора из сигнала испытуемого раствора. Концентрация кальция в испытуемом растворе должна находиться внутри диапазона калибровочной кривой.

МЕТОД 4

Для приготовления азотной кислоты 0,3 М раствора используют азотную кислоту, свободную от тяжёлых металлов. Для приготовления всех растворов используют посуду из полимерных материалов.

Испытуемый раствор. В мерную колбу объёмом 100 мл помещают 50 мл раствора, приготовленного, как указано в фармакопейной статье, прибавляют 2,1 мл азотной кислоты, свободной от тяжёлых металлов, и доводят объём раствором испытуемого образца до метки.

Растворы сравнения (1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мкг/мл). В мерную колбу объёмом 25 мл помещают 1,0 мл кальция стандартного раствора 1 мг/мл и доводят объём азотной кислоты 0,3 М раствором до метки. В 4 мерные колбы объёмом 20 мл помещают 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мл полученного раствора, соответственно, и доводят объём азотной кислоты 0,3 М раствором до метки. Растворы используют свежеприготовленными.

Контрольный раствор. Азотной кислоты 0,3 М раствор.

Проводят не менее трёх измерений атомной абсорбции или эмиссии растворов сравнения и испытуемого раствора при длине волны 393,37 нм или 239,85 нм, используя пламя закись азота–ацетилен и лампу с полым кальциевым катодом в качестве источника излучения. За результат принимают среднее из трёх измерений. Допускается использовать пламя воздух–ацетилен. Концентрацию кальция в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по растворам сравнения. Концентрация кальция в

испытуемом растворе должна находиться внутри диапазона калибровочной кривой.

ПРОЕКТ