

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.2.0017

ФТОРИДЫ

МЕТОД 1

Указанную навеску испытуемого образца, 0,1 г промытого кислотой песка *P* и 20 мл смеси равных объёмов *серной кислоты P* и *воды P* помещают во внутреннюю пробирку прибора (Рисунок 1). Рубашку, заполненную *тетрахлорэтаном P*, нагревают до температуры кипения (146 °C). Нагревают парогенератор и перегоняют, собирая дистиллят в мерную колбу вместимостью 100 мл, содержащую 0,3 мл 0,1 M раствора натрия гидроксида и 0,1 мл *фенолфталеина раствора P*. Во время перегонки в пробирке поддерживают постоянный объём (20 мл) и следят за тем, чтобы дистиллят оставался щелочным, прибавляя при необходимости 0,1 M раствор натрия гидроксида. Полученный дистиллят доводят *водой P* до объёма 100 мл (испытуемый раствор). Готовят раствор сравнения таким же образом, используя вместо испытуемого образца 5 мл *фторида стандартного раствора (10 ppm F) P*.

В один цилиндр со стеклянной притёртой пробкой помещают 20 мл испытуемого раствора, в другой такой же цилиндр – 20 мл раствора сравнения. В каждый цилиндр прибавляют по 5 мл *аминометилализариндуксусной кислоты реактива P*.

Через 20 мин любая синяя окраска в испытуемом растворе (первоначально красная) не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения.

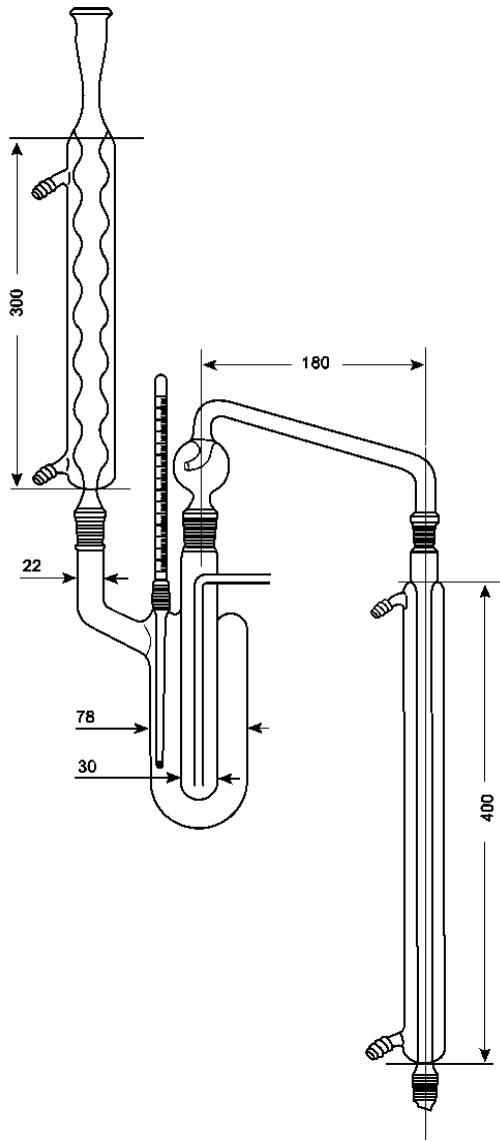


Рисунок 1 – Прибор для определения примесей фторидов
Размеры приведены в миллиметрах

МЕТОД 2

Определение проводят методом спектрофотометрии (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).
 Смешанный раствор реагентов. Ацетатный буферный раствор pH 4,3 – лантана(III) нитрата раствор 0,0005 М – ализаринкомплексона раствор – ацетон (1:5:6,5:11 об/об/об). Раствор используют свежеприготовленным.

Испытуемый раствор. Готовят, как указано в фармакопейной статье. Содержание алюминия в испытуемом растворе не должно превышать 0,2 мг/л, железа – 0,7 мг/л.

Компенсационный раствор. В мерную колбу объёмом 50 мл помещают 25,0 мл смешанного раствора реагентов и доводят объём раствора водой для хроматографии до метки.

Построение калибровочного графика. В пять отдельных мерных колб объёмом 50 мл помещают по 0,1 мл, 0,2 мл, 0,3 мл, 0,4 мл и 0,5 мл фторида стандартного раствора 10 мкг/мл (соответствуют концентрациям в испытуемом растворе 0,04 мг/л, 0,08 мг/л, 0,12 мг/л, 0,16 мг/л и 0,20 мг/л фторид-иона) прибавляют 20 мл воды для хроматографии и 25,0 мл смешанного раствора реагентов, доводят объём раствора водой для хроматографии до метки. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 600 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно контрольного раствора.

К 25,0 мл испытуемого раствора прибавляют 25,0 мл смешанного раствора реагентов и через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 600 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм относительно компенсационного раствора. По калибровочному графику находят концентрацию фторид-иона.