

Для определения примеси алюминия в лекарственных средствах используют метод флуориметрии (метод 1) и метод атомно-абсорбционной спектроскопии (метод 2).

Метод 1

Испытуемый раствор. Раствор испытуемого образца, приготовленный, как указано в фармакопейной статье.

Эталонный раствор. Используют стандартный раствор алюминий-иона, указанный в фармакопейной статье.

Контрольный раствор. Используют растворитель, указанный в фармакопейной статье.

Испытуемый раствор помещают в делительную воронку, встряхивают с двумя порциями, по 20 мл каждая, раствора 5 г/л гидроксихинолина в хлороформе, затем с 10 мл этого же раствора. После прибавления каждой порции хлороформные слои отделяют, собирая в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора хлороформом до метки и перемешивают. Эталонный и контрольный растворы обрабатывают аналогично.

Измеряют интенсивность флуоресценции испытуемого (I_1), эталонного (I_2) и контрольного растворов (I_3) при длине волны возбуждения 392 нм и длине волны флуоресценции 518 нм. Флуоресценция испытуемого раствора ($I_1 - I_3$) не должна превышать флуоресценцию эталонного раствора ($I_2 - I_3$).

Стандартные растворы алюминий-иона

Стандартный раствор 200 мкг/мл алюминий-иона. Около 0,352 г (точная навеска) алюминия-калия сульфата додекагидрата, $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, прибавляют 10 мл серной кислоты разведенной 9,8%, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор 2 мкг/мл алюминий-иона. Стандартный раствор (200 мкг/мл алюминий-иона) разводят водой в 100 раз непосредственно перед использованием.

Стандартный раствор 100 мкг/мл алюминий-иона. Около 8,947 г (точная навеска) алюминия хлорида гексагидрата, $AlCl_3 \cdot 6H_2O$, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор разводят водой в 10 раз непосредственно перед использованием.

Стандартный раствор 10 мкг/мл алюминий-иона. Около 1,390 г (точная навеска) алюминия нитрата нонагидрата, $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор разводят водой в 100 раз непосредственно перед использованием.

Примечания.

1. Определение содержания $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ в алюминия-калия сульфате. Около 0,45 г (точная навеска) алюминия-калия сульфата растворяют в 20 мл воды и проводят комплексометрическое титрование алюминия.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 23,72 мг $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

2. Определение содержания $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ в алюминия хлориде. Около 0,25 г (точная навеска) алюминия хлорида растворяют в 25 мл воды и проводят комплексометрическое титрование алюминия.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 12,07 мг $AlCl_3 \cdot 6H_2O$.

3. Определение содержания $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ в алюминия нитрате. Около 0,35 г (точная навеска) алюминия нитрата растворяют в 20 мл воды и проводят комплексометрическое титрование алюминия.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 18,76 мг $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$.

Метод 2

Применяют для субстанций, предназначенных для использования в гемодиализе.

Испытуемый раствор. Если не указано в фармакопейной статье, точную навеску испытуемой субстанции, содержащую от 1,2 до 3,8 мкг алюминий-иона, помещают в пластиковую мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 50 мл воды и обрабатывают ультразвуком в течение 30 мин. Прибавляют 4 мл азотной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Эталонные растворы. Алюминиевую проволоку опускают в хлористоводородной кислоты раствор 6 М, нагретый до 80°C, на несколько минут. Около 0,1 г (точная навеска) обработанной проволоки растворяют в смеси 10 мл хлористоводородной кислоты 25% и 2 мл азотной кислоты концентрированной при температуре около 80°C в течение примерно 30 мин. Продолжают нагревание, пока объем смеси не уменьшится приблизительно до 4 мл. Охлаждают смесь до комнатной температуры и прибавляют 4 мл воды. Выпаривают при нагревании до объема приблизительно 2 мл. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Затем 10 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Далее 1,0, 2,0 и 4,0 мл полученного раствора помещают в отдельные мерные колбы вместимостью 100 мл, доводят объемы растворов разбавленным раствором азотной кислоты (см. Примечание) до метки и перемешивают (0,01, 0,02 и 0,04 мкг/мл алюминий-иона, соответственно).

Измеряют поглощение испытуемого и эталонных растворов при спектральной линии излучения алюминия при 309,3 нм на атомно-абсорбционном спектрометре, оснащенный лампой с алюминиевым полым катодом, беспламенной электрической печью, используя разбавленный раствор азотной кислоты в качестве контрольного раствора. Определяют концентрацию алюминия

в испытуемом растворе по градуировочному графику, построенному по эталонным растворам, и рассчитывают содержание алюминия в испытуемой субстанции.

Примечание. Приготовление разбавленного раствора азотной кислоты. 40 мл азотной кислоты концентрированной помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.