

Вводится впервые

Описанные ниже методы определения примеси ртути в лекарственных средствах основаны на экстракционно-фотометрическом определении ртути(II)-иона с дитизоном ([метод 1](#)) и определении методом атомноабсорбционной спектроскопии с беспламенной атомизацией - методом "холодного пара" ([метод 2](#)).

Метод 1

Испытуемый раствор. В делительную воронку объемом 100 мл помещают 15 мл водного раствора испытуемого образца, приготовленного, как указано в фармакопейной статье, и прибавляют 5 мл серной кислоты раствора 1 М.

Эталонный раствор. В делительную воронку объемом 100 мл помещают 10 мл воды, 5 мл стандартного раствора ртути(II)-иона (1 мкг/мл) и 5 мл серной кислоты раствора 1 М.

Контрольный раствор. В делительную воронку объемом 100 мл помещают 15 мл воды и 5 мл серной кислоты раствора 1 М.

В каждую из воронок прибавляют по 5 мл уксусной кислоты раствора 6М и перемешивают. Затем добавляют по 10 мл дитизона раствора 0,00125% в хлороформе, взбалтывают в течение 2 мин, дают отстояться и фильтруют органическую фазу через бумажный фильтр.

Измеряют оптическую плотность фильтратов испытуемого и эталонного растворов относительно фильтрата контрольного раствора в максимуме поглощения при длине волны 498 нм.

Оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать оптической плотности эталонного раствора.

Стандартные растворы ртути(II)-иона

Стандартный раствор 100 мкг/мл ртути(II)-иона. Около 0,108 г (точная навеска) ртути(II) оксида помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 10 мл воды с добавлением 1 мл азотной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Хранят в защищенном от света месте.

Стандартный раствор 1 мкг/мл ртути(II)-иона. 1,0 мл стандартного раствора (100 мкг/мл ртути(II)-иона) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

Метод 2

Метод беспламенной атомизации (метод "холодного пара") заключается в восстановлении ионов ртути до металлической ртути, получении с помощью генератора атомного пара паров ртути, последующей их отгонке потоком воздуха или инертного газа в абсорбционную ячейку атомно-абсорбционного спектрометра и измерении поглощения монохроматического излучения на резонансной длине волны 253,7 нм от ртутной лампы.

Испытуемый раствор. Точную навеску испытуемого вещества, указанную в фармакопейной

статье, помещают в мерный стакан вместимостью 100 мл и растворяют в 35 мл воды, нагревают при необходимости. Прибавляют 2 капли фенолфталеина раствора 1% и в случае отсутствия окраски прибавляют по каплям натрия гидроксида раствор 1 М до слабо-розового окрашивания, а в случае розовой окраски раствора - серной кислоты раствор 0,5 М до обесцвечивания при постоянном перемешивании.

Эталонный раствор. 2,0 мл стандартного раствора ртути(II)-иона (1 мкг/мл) помещают в мерный стакан вместимостью 100 мл и прибавляют 35 мл воды.

Контрольный раствор. В мерный стакан вместимостью 100 мл помещают 35 мл воды.

К каждому из полученных растворов добавляют 3 мл серной кислоты концентрированной и 1 мл калия перманганата раствора 5%. Накрывают стакан часовым стеклом, кипятят несколько секунд и охлаждают. Избыток калия перманганата разрушают прибавлением по каплям гидроксиламина гидрохлорида раствора 10% до обесцвечивания раствора.

Раствор разбавляют водой до 100 мл, прибавляют 2 мл раствора олова(II) хлорида и помещают в генератор атомного пара. Скорость потока воздуха или инертного газа устанавливают таким образом, чтобы избежать бурного выделения пузырьков из раствора.

Измеряют поглощение испытуемого и эталонного растворов при длине волны 253,7 нм.

Поглощение испытуемого раствора не должно превышать поглощение эталонного раствора.

Примечания.

1. Приготовление раствора олова(II) хлорида. 10 г олова(II) хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 20 мл горячей хлористоводородной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Срок годности раствора - 1 неделя.

2. В случае трудноразлагаемых веществ предварительно проводят разложение вещества смесью концентрированных азотной и серной кислот в присутствии водорода пероксида. Некоторые вещества могут реагировать с водородом пероксида с взрывом. Необходимо соблюдать меры предосторожности.

Стандартные растворы ртути(II)-иона

Стандартный раствор 1 мг/мл ртути(II)-иона. Около 0,1354 г (точная навеска) ртути(II) хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в серной кислоты растворе 1 М, доводят тем же растворителем до метки и перемешивают. Хранят в защищенном от света месте.

Стандартный раствор 1 мкг/мл ртути(II)-иона. 1,0 мл стандартного раствора (1 мг/мл ртути(II)-иона) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора серной кислоты раствором 1 М до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед использованием.