

Химические методы определения примеси железа в лекарственных средствах основаны на образовании окрашенных растворов при взаимодействии ионов железа с различными реагентами.

С сульфосалициловой кислотой соли двух- и трехвалентного железа в зависимости от концентрации образуют в аммиачной среде желтые или коричнево-красные растворы сульфосалицилатных комплексов ([метод 1](#)); в зависимости от природы испытуемого образца используются различные модификации этого метода.

С тиогликолевой кислотой в аммиачной среде ([метод 2](#)) или с аммония тиоцианатом в кислой среде ([метод 3](#)) соли железа в зависимости от концентрации и степени окисления образуют розовые или красные растворы соответствующих соединений.

После добавления соответствующих реактивов (с учетом используемого метода) сравнивают интенсивность окраски испытуемого раствора с окраской эталонного раствора. Окраска, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать окраску эталонного раствора.

Предельно допустимое содержание солей железа, метод испытания, условия подготовки испытуемого образца и концентрация стандартного раствора железа должны быть указаны в фармакопейной статье.

Определение железа в растворах лекарственных средств

Метод 1

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

Эталонный раствор. 10 мл стандартного раствора 3 мкг/мл железо(II)-иона.

К испытуемому и эталонному растворам прибавляют по 2 мл сульфосалициловой кислоты раствора 10%, 1 мл аммиака раствора 10%, перемешивают и через 5 мин сравнивают окраску растворов.

Определение солей железа в соединениях магния

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

Эталонный раствор. 10 мл стандартного раствора 3 мкг/мл железо(III)-иона.

К испытуемому и эталонному растворам прибавляют по 2 мл сульфосалициловой кислоты раствора 10%, 0,5 мл аммония хлорида раствора 10,7%, 1 мл аммиака раствора 10% и через 5 мин сравнивают окраску растворов.

Определение солей железа в соединениях алюминия

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

Эталонный раствор. 10 мл стандартного раствора 3 мкг/мл железо(III)-иона.

К испытуемому и эталонному растворам прибавляют по 5 мл сульфосалициловой кислоты раствора 10%, 2 мл натрия гидроксида раствора 10% и через 5 мин сравнивают окраску растворов.

Метод 2

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

Эталонный раствор. 10 мл стандартного раствора 1 мкг/мл железо(III)-иона.

К испытуемому и эталонному растворам прибавляют по 2 мл лимонной кислоты раствора 20% и 0,1 мл тиогликолевой кислоты, перемешивают, добавляют аммиака раствор 10% до щелочной реакции по универсальной индикаторной бумаге, доводят объем раствора водой до 20 мл, перемешивают и через 5 мин сравнивают окраску растворов.

Метод 3

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

Эталонный раствор. К 3 мл стандартного раствора 1 мкг/мл железо(III)-иона прибавляют 7 мл воды.

К испытуемому и эталонному растворам прибавляют по 0,5 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 10 мг аммония персульфата и 1,5 мл аммония тиоцианата раствора 15%, перемешивают и через 5 мин сравнивают окраску растворов.

Определение солей железа в зольном остатке органических соединений

Испытуемый раствор. Зольный остаток, полученный после сжигания навески испытуемого образца с серной кислотой концентрированной, обрабатывают при нагревании на водяной бане 2 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и прибавляют 2 мл воды.

Содержимое тигля, если нужно, фильтруют в пробирку, тигель и фильтр промывают 3 мл воды, присоединяя промывные воды к фильтрату. Раствор нейтрализуют аммиаком водным (контроль по универсальной индикаторной бумаге) и доводят объем раствора водой до 10 мл.

Эталонный раствор. В тигель помещают серную кислоту в количестве, взятом для сжигания

испытуемого образца, и далее поступают как с испытуемым образцом, но объем раствора доводят водой до 9 мл, после чего прибавляют 1 мл стандартного раствора железо(III)-иона (30, 10 или 3 мкг/мл в зависимости от метода определения).

Далее определение проводят любым из описанных выше методов определения железа в растворах лекарственных средств.

Стандартные растворы железо(III)-иона

Стандартный раствор 200 мкг/мл железо(III)-иона. 0,8634 г железа(III) аммония сульфата или количество железа(III) аммония сульфата, соответствующее 0,1000 г железо(III)-иона и рассчитанное по формуле (1), растворяют в 25 мл раствора серной кислоты разведенной 9,8% при нагревании, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают

$$0,1000/Q, (1)$$

где Q - содержание железо(III)-иона в граммах в 1 г железа(III) аммония сульфата (см. примечание).

Стандартный раствор 30 мкг/мл железо(III)-иона. 15 мл стандартного раствора (200 мкг/мл железо(III)-иона) перед использованием помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор 20 мкг/мл железо(III)-иона. 10 мл стандартного раствора (200 мкг/мл железо(III)-иона) перед использованием помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор 10 мкг/мл железо(III)-иона. 5 мл стандартного раствора (200 мкг/мл железо(III)-иона) перед использованием помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор 3 мкг/мл железо(III)-иона. 15 мл стандартного раствора (20 мкг/мл железо(III)-иона) перед использованием помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор 1 мкг/мл железо(III)-иона. 5 мл стандартного раствора (20 мкг/мл железо(III)-иона) перед использованием помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Примечание. Определение содержания железо(III)-иона в железа(III) аммония сульфате. Около 2,5 г железа(III) аммония сульфата (точная навеска) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 20,0 мл полученного раствора переносят в колбу с притертой пробкой, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты 25% и 2 г калия йодида. Смесь взбалтывают и оставляют в темном месте на 30 мин, затем прибавляют 50 мл воды и титруют натрия тиосульфата раствором 0,1 М (индикатор - крахмал).

1 мл натрия тиосульфата раствора 0,1 М соответствует 0,005585 г железо(III)-иона.