

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Тальк	ФС.2.2.0017.15
Тальк	
Talcum	Взамен ФС 42-0066-01

Магния силикат (3:4)



М. м. 379,27

Тальк может содержать различные количества связанных минералов: хлориты (гидратированный алюминия и магния силикат), магнезиты (магния карбонат), кальциты (кальция карбонат) и доломиты (кальция и магния карбонат).

Тальк из месторождений, содержащих связанные асбесты, не должен использоваться для фармацевтических целей. Изготовитель талька несет ответственность за подтверждение отсутствия в тальке асбестов (амфиболов, серпентинов, тремолитов).

Присутствие амфиболов и серпентинов может быть обнаружено методами ИК-спектromетрии (метод 1) или дифрактометрии рентгеновского излучения (метод 2). Если одним из этих методов обнаружено наличие в тальке амфиболов и/или серпентинов, то изучение специфических морфологических характеристик проводят с помощью оптической микроскопии (метод 3).

Метод 1. ИК-спектр. Полоса поглощения в ИК-спектре субстанции в слое калия бромида при 758 см^{-1} при расширении масштаба спектра свидетельствует о присутствии в тальке тремолита или хлорита. Если после прокалывания образца при $850 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 мин эта полоса поглощения не ис-

чезает, то в тальке присутствует тремолит. Любая полоса поглощения или плечо в ИК-спектре талька в области от 650 до 600 см^{-1} , обнаруживаемые после расширения масштаба спектра, свидетельствует о присутствии в нем серпентинов.

Метод 2. *Дифрактометрия рентгеновского излучения.* Для определения асбестов в тальке используют следующие условия получения дифрактограммы:

- Cu K α монохроматическое излучение в режиме 40 кВ, 24 – 30 мА;
- входная щель 1° ;
- щель детектора $0,2^\circ$;
- скорость углового сканирования $1/10^\circ 2\theta/\text{мин}$;
- диапазон сканирования $10 - 13^\circ$ и $24 - 26^\circ 2\theta$;
- образец не ориентирован.

Образец помещают в держатель, разглаживают поверхность, накрывают полированным стеклянным предметным стеклом для микроскопии и регистрируют дифрактограмму.

Присутствие амфиболов определяют по наличию на дифрактограмме пиков в диапазоне $(10,5 \pm 0,1)^\circ 2\theta$, а присутствие серпентинов – по наличию пиков в диапазоне от $(24,3 \pm 0,1)^\circ 2\theta$ до $(12,1 \pm 0,1)^\circ 2\theta$.

Метод 3. *Микроскопия.* Если одним из методов 1 и 2 обнаружено наличие в тальке амфиболов и/или серпентинов, то дальнейшее исследование проводят методом оптической микроскопии для определения характеристик асбестов.

Следующие признаки служат доказательством наличия асбестов:

- для волокон длиной более 5 мкм отношения длины и ширины находятся в пределах от 20:1 до 100:1 или более;
 - способность расщепляться на очень тонкие волокна;
- и, если имеются, 2 из 4 указанных ниже признаков:
- параллельные волокна собраны в пучки;

- пучки волокон имеют ворсистые концы;
- волокна находятся в виде тонких игл;
- наблюдаются матовые массы отдельных волокон и/или волокон с изгибом.

Описание. Белый или почти белый легкий однородный порошок, жирный и скользкий на ощупь без твердых крупинок.

Растворимость. Практически нерастворим в воде, спирте 96 %, разбавленных растворах кислот и щелочей.

Подлинность

1. *ИК-спектр.* Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400 см⁻¹ должен иметь полосы поглощения при волновых числах 3677, 1018 и 669 см⁻¹.

2. *Качественная реакция.* 0,1 г субстанции сплавляют при температуре от 850 до 900 °С в платиновом тигле со смесью, состоящей из 0,2 г натрия карбоната безводного и 2 г калия карбоната. Сплаву дают остыть и переносят в выпарительную чашку при помощи 50 мл горячей воды. К сплаву осторожно прибавляют хлористоводородную кислоту разведённую 10 % до прекращения выделения пузырьков, затем прибавляют ещё 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 10 %. Полученный раствор упаривают на водяной бане до суха. К остатку прибавляют 20 мл воды, доводят до кипения и фильтруют через бумажный фильтр.

К 5 мл фильтрата прибавляют 1 мл 10 % раствора аммиака, 1 мл 10,7 % раствора аммония хлорида и фильтруют через бумажный фильтр. При прибавлении к полученному фильтрату 1 мл 9 % раствора динатрия гидрофосфата образуется белый кристаллический осадок (магний).

3. *Качественная реакция.* Осадок на фильтре помещают в платиновый тигель, прибавляют 10 мг натрия фторида и 0,2 мл серной кислоты концентрированной, накрывают тигель прозрачной плоской крышкой из пластика, на которую с внутренней стороны помещают каплю воды, и осторожно нагревают; вокруг капли образуется белое кольцо (кремний).

Вещества, растворимые в воде. Не более 0,2 %.

К 10 г субстанции прибавляют 50 мл воды, свободной от углерода диоксида, и кипятят с обратным холодильником в течение 30 мин. После охлаждения раствор фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора водой, свободной от углерода диоксида, до метки и перемешивают. 25 мл фильтрата выпаривают досуха, осадок высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 1 ч и взвешивают. Масса остатка не должна превышать 10 мг.

Кислотность. К 2,5 г субстанции прибавляют 50 мл воды, свободной от углерода диоксида, и кипятят с обратным холодильником в течение 30 мин. После охлаждения раствор фильтруют под вакуумом. К 10 мл фильтрата прибавляют 0,1 мл 0,04 % раствора бромтимолового синего; при добавлении не более 0,4 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты должно появиться зеленое окрашивание.

К 10 мл фильтрата прибавляют 0,1 мл 1 % раствора фенолфталеина; при добавлении не более 0,3 мл 0,01 М раствора натрия гидроксида должно появиться розовое окрашивание.

Свинец. Не более 0,001 %. Определение проводят методом атомной абсорбции.

Стандартный раствор свинец-иона (5 мкг/мл). См. ОФС «Тяжелые металлы».

Эталонные растворы свинец-иона для построения калибровочного графика (0,50; 0,75; 1,00; и 1,25 мкг/мл). 10, 15, 20 и 25 мл стандартного раствора свинец-иона (5 мкг/мл) помещают в мерные колбы вместимостью 100 мл, содержащие по 50 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. 10,0 г субстанции помещают в коническую колбу из термостойкого стекла, постепенно прибавляют при перемешивании 50 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты и нагревают с обратным

холодильником на кипящей водяной бане в течение 30 мин. После охлаждения и отстаивания раствор фильтруют через бумажный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 мл. Осадок промывают водой 3 раза порциями по 10 мл, затем 15 мл горячей воды. После охлаждения доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение эталонных и испытуемого растворов при длине волны 217,0 нм, используя воздушно-ацетиленовое пламя и лампу с полым свинцовым катодом в качестве источника излучения. Концентрацию свинца в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам свинец-иона.

Железо. Не более 0,25 %. Определение проводят методом атомной абсорбции.

Стандартный раствор железо(III)-иона (250 мкг/мл). 4,840 г железа(III) хлорида гексагидрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, содержащую 50 мл 15 % раствора хлористоводородной кислоты, растворяют, доводят объем раствора той же кислотой до метки и перемешивают. 5,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

Эталонные растворы железо(III)-иона для построения калибровочного графика (5,0; 6,25; 7,5 и 10,0 мкг/мл). 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 мл стандартного раствора железо (III)-иона (250 мкг/мл) помещают в мерные колбы вместимостью 100 мл, содержащие по 50 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. 2,5 мл испытуемого раствора, приготовленного для испытания на свинец, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, содержащую 50 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение эталонных и испытуемого растворов при длине

волны 248,3 нм, используя воздушно-ацетиленовое пламя, лампу с полым железным катодом в качестве источника излучения и дейтериевую лампу для коррекции. Концентрацию железа в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам железо(III)-иона.

Кальций. Не более 0,90 %. Определение проводят методом атомной абсорбции.

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, доводят объем раствора водой до 1000 мл и перемешивают.

Стандартный раствор кальций-иона (100 мкг/мл). 2,769 г кальция хлорида безводного помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в хлористоводородной кислоте разведенной 7,3 %, доводят объем раствора той же кислотой до метки и перемешивают. 10,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

Эталонные растворы кальций-иона для построения калибровочного графика (1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мкг/мл). 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мл стандартного раствора кальций-иона (100 мкг/мл) помещают в мерные колбы вместимостью 100 мл, содержащие по 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 10 мл раствора лантана(III) хлорида, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. 0,5 г субстанции помещают в тефлоновую чашку, 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 промыва-

ют водой, сливая полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (раствор А). 5,0 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 10 мл раствора лантана(III) хлорида, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение эталонных и испытуемого растворов при длине волны 422,7 нм, используя пламя закись азота – ацетилен и лампу с полым кальциевым катодом в качестве источника излучения. Концентрацию кальция в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам кальций-иона.

Магний. От 17,0 до 19,5 %. Определение проводят методом атомной абсорбции.

Раствор лантана(III) хлорида. См. раздел «Кальций».

Стандартный раствор магний-иона (10 мкг/мл). 8,365 г магния хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в хлористоводородной кислоте разведенной 7,3 %, доводят объем раствора той же кислотой до метки и перемешивают. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

Стандартные растворы магний-иона для построения калибровочного графика (0,25; 0,3; 0,4 и 0,5 мкг/мл). 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора магний-иона (10 мкг/мл) помещают в мерные колбы вместимостью 100 мл, содержащие по 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 10 мл раствора лантана(III) хлорида, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. 0,5 мл раствора А, приготовленного в испытании на «Кальций», помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 4,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 10 мл раствора лантана(III)

хлорида, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение эталонных и испытуемого растворов при длине волны 285,2 нм, используя воздушно-ацетиленовое пламя и лампу с полым магниевым катодом в качестве источника излучения. Концентрацию магния в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам магний-иона.

Алюминий. Не более 2,0 %. Определение проводят методом атомной абсорбции.

Раствор цезия хлорида. 25,34 г цезия хлорида помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор алюминий-иона (100 мкг/мл). См. ОФС «Алюминий».

Стандартные растворы алюминий-иона для построения калибровочного графика (5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мкг/мл). 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мл стандартного раствора алюминий-иона (100 мкг/мл) помещают в мерные колбы вместимостью 100 мл, содержащие по 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 10 мл раствора цезия хлорида, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. 5,0 мл раствора А, приготовленного в испытании на «Кальций», помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, 10 мл раствора цезия хлорида, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Измеряют поглощение эталонных и испытуемого растворов при длине волны 309,3 нм, используя пламя закись азота – ацетилен и лампу с полым алюминиевым катодом в качестве источника излучения. Концентрацию алюминия в испытуемом растворе находят по калибровочному графику, построенному по эталонным растворам алюминий-иона.

Сернистые соединения. 0,6 г субстанции помещают в коническую колбу, прибавляют 100 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %,

накрывают колбу свинцово-ацетатной бумагой и кипятят в течение 1 ч; бумага не должна темнеть.

Мышьяк. Не более 0,0005 %. Определение проводят в соответствии с требованиями ОФС «Мышьяк». 1,5 г субстанции помещают в стакан, смачивают 3 мл спирта 96 %, прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %, 20 мл воды, нагревают на водяной бане при температуре от 40 до 50 °С в течение 15 мин и фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 мл. Стакан и фильтр с остатком промывают горячей водой, собирая промывные воды в мерную колбу. После охлаждения доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Для анализа отбирают 6,7 мл полученного раствора.

Потеря в массе при прокаливании. Не более 7,0 %. Около 1,0 г (точная навеска) субстанции помещают в фарфоровый тигель, постепенно нагревают и прокаливают при температуре 1050 – 1100 °С до постоянной массы.

Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».

Хранение. В хорошо укупоренной упаковке.