

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Степень окраски жидкостей

ОФС.1.2.1.0006.15

Взамен ОФС 42-0050-07 ГФ XII, ч.1

Окраску жидкостей определяют визуально одним из методов, приведенных ниже, путем сравнения с соответствующими эталонами. В статью включены методы контроля качества лекарственных средств по показателям «цветность» и «цветность раствора». Цветность является условно принятой количественной характеристикой для жидкостей, имеющих незначительную окраску.

Цвет – это восприятие или субъективная реакция наблюдателя на объективный раздражитель в виде энергии, излучаемой в видимой области спектра и охватывающей диапазон длин волн от 400 до 700 нм. Окраска двух растворов совпадает (при определенном источнике света), если их спектры поглощения и отражения идентичны и наблюдатель не замечает разницы между ними.

Ахроматизм или отсутствие окраски означает отсутствие у испытуемого раствора абсорбции в видимой области спектра.

Для визуальной оценки окраски жидкостей в зависимости от интенсивности в области коричневых, желтых и красных цветов используют один из двух методов, описанных в статье.

Бесцветной считается жидкость, если ее окраска не отличается от воды (в случае растворов – от соответствующего растворителя) или она окрашена не более интенсивно, чем эталон В₉.

Сравнение степени окраски жидкости с эталонами (B, BY, Y, GY, R)₁₋₃ обычно проводят по методу 1; в случае использования эталонов B₄₋₉, (BY, Y, GY, R)₄₋₇ применяют метод 2.

Метод 1

Испытания проводят в одинаковых пробирках из бесцветного, прозрачного, нейтрального стекла с внутренним диаметром около 12 мм, используя равные объемы – 2,0 мл испытуемой жидкости и воды, или растворителя, или эталона сравнения, описанного в статье. Сравнивают окраску при рассеянном дневном свете, горизонтально (перпендикулярно оси пробирок) на матово-белом фоне.

Метод 2

Испытания проводят в одинаковых пробирках из бесцветного, прозрачного, нейтрального стекла с внутренним диаметром от 15 до 25 мм, используя равные слои высотой 40 мм испытуемой жидкости и воды, или растворителя, или эталона сравнения, описанного в статье. Сравнивают окраску при рассеянном дневном свете сверху вдоль вертикальной оси пробирок на матово-белом фоне.

Приготовление исходных растворов

Желтый раствор. 46,0 г (точная навеска) железа(III) хлорида ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$; М.м. 270,30) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 900 мл смеси, приготовленной из 25 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и 975 мл воды, доводят объем раствора этой же смесью до метки и перемешивают. Определяют количественное содержание железа(III) хлорида в 1 мл раствора. Объем раствора железа(III) хлорида разбавляют этой же смесью таким образом, чтобы содержание железа(III) хлорида в 1 мл составляло 45,0 мг.

Раствор хранят в защищенном от света месте.

Количественное определение: 10,0 мл раствора железа(III) хлорида помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 мл,

прибавляют 15 мл воды, 5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и 4 г калия йодида, перемешивают, закрывают пробкой и оставляют на 15 мин в темном месте, затем прибавляют 100 мл воды. Титруют выделившийся йод раствором 0,1 М натрия тиосульфата, прибавляя 0,5 мл раствора крахмала 1% в конце титрования в качестве индикатора.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 27,03 мг железа(III) хлорида ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).

Красный раствор. 60,0 г (точная навеска) растертого кобальта хлорида ($\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$; М.м. 237,93) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 900 мл смеси, приготовленной из 25 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и 975 мл воды, доводят объем раствора этой же смесью до метки и перемешивают. Определяют количественное содержание кобальта хлорида в 1 мл раствора. Объем раствора кобальта хлорида разбавляют этой же смесью таким образом, чтобы содержание кобальта хлорида в 1 мл раствора составляло 59,5 мг.

Количественное определение. 5,0 мл раствора кобальта хлорида помещают в коническую колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 250 мл, прибавляют 5 мл 3 % раствора перекиси водорода и 30 мл 10 % раствора натрия гидроксида. Смесь кипятят с обратным холодильником в течение 10 мин, затем охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 60 мл 1 М раствора серной кислоты и 2 г калия йодида. Закрывают колбу и растворяют осадок, осторожно помешивая. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до бледно-розового окрашивания, используя в качестве индикатора 0,5 мл раствора крахмала 1% в конце титрования.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 23,79 мг кобальта хлорида ($\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$).

Голубой раствор. 63,0 г (точная навеска) меди(II) сульфата

($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$; М.м. 249,68) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 900 мл смеси, приготовленной из 25 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и 975 мл воды, доводят объем раствора этой же смесью до метки и перемешивают. Определяют количественное содержание меди(II) сульфата в 1 мл раствора. Объем раствора меди(II) сульфата разбавляют этой же смесью таким образом, чтобы содержание меди(II) сульфата в 1 мл раствора составляло 62,4 мг.

Количественное определение. 10,0 мл раствора меди(II) сульфата помещают в коническую колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 250 мл, прибавляют 50 мл воды, 12 мл 2 М раствора уксусной кислоты, 3 г калия йодида и перемешивают. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до бледно-коричневого окрашивания, используя 0,5 мл раствора крахмала 1% в качестве индикатора в конце титрования.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 24,97 мг меди(II) сульфата ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Приготовление стандартных растворов

Стандартные растворы получают смешением исходных растворов железа(III) хлорида, кобальта хлорида, меди(II) сульфата с 1% раствором хлористоводородной кислоты, отмеривая их с помощью калиброванной пипетки или бюретки с точностью до 0,02 мл (табл. 1).

Таблица 1 - Стандартные растворы

Стандартные растворы	Желтый исходный раствор, мл	Красный исходный раствор, мл	Голубой исходный раствор, мл	1 % раствор хлористоводородной кислоты, мл
В (коричневый)	30,0	30,0	24,0	16,0
ВУ (коричневато-желтый)	24,0	10,0	4,0	62,0
У (желтый)	24,0	6,0	0	70,0
ГУ (зеленовато-желтый)	96,0	2,0	2,0	0
Р (красный)	10,0	20,0	0	70,0

Приготовленные исходные и стандартные растворы помещают в сухие

колбы с притертыми пробками и хранят при температуре (20 ± 3) °С в защищенном от попадания прямых солнечных лучей месте.

Срок годности исходных и стандартных растворов – 1 год.

При хранении исходных и стандартных растворов следует перед употреблением убедиться в отсутствии в них мути, осадка и хлопьев. При наличии таковых растворы заменяют свежеприготовленными.

Приготовление эталонов

Эталонные готовят из пяти стандартных растворов путем разбавления их 1 % раствором хлористоводородной кислоты.

Отмеривание исходных и стандартных растворов для приготовления шкал производят при помощи калиброванной пипетки или бюретки с точностью до 0,02 мл.

Эталонные для определения степени окраски жидкостей по методу I хранят в ампулах из бесцветного прозрачного нейтрального стекла с наружным диаметром 12 мм, в защищенном от света месте в течение 1 года.

Эталонные, используемые для определения степени окраски жидкостей по методу II, готовят из соответствующих стандартных растворов непосредственно перед использованием.

Количества компонентов для приготовления эталонов цветности приведены в табл. 2-6.

Таблица 2 - Эталонные коричневых оттенков (шкала В)

Эталонные шкалы В	Стандартный раствор В, мл	1 % раствор хлористоводородной кислоты, мл
В ₁	75,0	25,0
В ₂	50,0	50,0
В ₃	37,5	62,5
В ₄	25,0	75,0
В ₅	12,5	87,5
В ₆	5,0	95,0
В ₇	2,5	97,5
В ₈	1,5	98,5
В ₉	1,0	99,0

Таблица 3 - Эталоны коричневатого-желтых оттенков (шкала BY)

Эталон шкалы BY	Стандартный раствор BY, мл	1 % раствор хлористо-водородной кислоты, мл
BY ₁	100,0	0,0
BY ₂	75,0	25,0
BY ₃	50,0	50,0
BY ₄	25,0	75,0
BY ₅	12,5	87,5
BY ₆	5,0	95,0
BY ₇	2,5	97,5

Таблица 4 - Эталоны желтых оттенков (шкала Y)

Эталон шкалы Y	Стандартный раствор Y, мл	1 % раствор хлористо-водородной кислоты, мл
Y ₁	100,0	0,0
Y ₂	75,0	25,0
Y ₃	50,0	50,0
Y ₄	25,0	75,0
Y ₅	12,5	87,5
Y ₆	5,0	95,0
Y ₇	2,5	97,5

Таблица 5 - Эталоны зеленоватого-желтых оттенков (шкала GY)

Эталон шкалы GY	Стандартный раствор GY, мл	1 % раствор хлористо-водородной кислоты, мл
GY ₁	25,0	75,0
GY ₂	15,0	85,0
GY ₃	8,5	91,5
GY ₄	5,0	95,0
GY ₅	3,0	97,0
GY ₆	1,5	98,5
GY ₇	0,75	99,25

Таблица 6 - Эталоны красных оттенков (шкала R)

Эталон шкалы R	Стандартный раствор R, мл	1 % раствор хлористо-водородной кислоты, мл
R ₁	100,0	0,0
R ₂	75,0	25,0
R ₃	50,0	50,0

R ₄	37,5	62,5
R ₅	25,0	75,0
R ₆	12,5	87,5
R ₇	5,0	95,00

Степень окраски испытуемого раствора не должна превышать степень окраски соответствующего эталона. Цвет испытуемого образца должен быть максимально приближен к цвету соответствующего эталона.

При сравнении окраски испытуемого раствора с эталонами указывают номера эталона и букву шкалы. Например, окраска раствора не должна превышать эталон В₇.

При необходимости могут быть использованы другие эталоны, приготовленные путем смешения стандартных растворов разных цветовых шкал с точным указанием их объемов для достижения нужной окраски, приближенной к окраске испытуемого раствора, если это предусмотрено фармакопейной статьей.

Для оценки окраски жидкостей возможно использование спектрофотометрического метода, если это предусмотрено фармакопейной статьей, при этом должны быть указаны: длина волны, при которой наблюдается максимум поглощения в видимой области спектра, толщина кюветы и значение оптической плотности с допустимыми отклонениями.