

Проводят контрольный опыт таким же образом и с теми же реактивами, но без испытуемого образца; полученный результат используют для внесения поправки при расчете содержания азота.

1 мл хлористоводородной кислоты раствора 0,1 М или серной кислоты раствора 0,05 М соответствует 1,401 мг азота.

2. Микрометод Кьельдаля

В колбу Кьельдаля вместимостью от 50 до 250 мл помещают точную навеску или указанный в фармакопейной статье объем образца лекарственного средства с содержанием азота 1,4 – 3,5 мг. Остальные операции проводят, как указано выше в методе 1, используя описанную ранее смесь катализаторов или (например, в лекарственных средствах, выделенных из природных источников или полученных биотехнологическими методами) 0,25 г смеси калия сульфата, меди сульфата и натрия селената в соотношении 20:5:8,5; в этом случае вместо 7 мл прибавляют 4 мл серной кислоты концентрированной (для лучшего смачивания испытуемого образца).

Минерализацию проводят до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. После этого нагревание продолжают еще 30 мин. В конце минерализации прибавляют 1 – 3 капли концентрированного раствора водорода пероксида и продолжают нагревание в течение 10 мин до обесцвечивания раствора.

Титрование выделенного аммиака проводят хлористоводородной кислоты раствором 0,01 М или серной кислоты раствором 0,005 М.

1 мл хлористоводородной кислоты раствора 0,01 М или серной кислоты раствора 0,005 М соответствует 0,1401 мг азота.

Если навеска содержит более чем 3,5 мг азота, допускается использовать хлористоводородной кислоты раствор 0,02 М или серной кислоты раствор 0,01 М (при этом на титрование должно расходоваться не менее 15 мл титранта). Если масса взятой навески безводного вещества превышает 100 мг, необходимо пропорционально увеличивать объемы серной кислоты концентрированной и раствора натрия гидроксида.