**Дапсон ФС**

**Дапсон**

**Dapsonum Взамен ФС 42-2316-85**

4,4'-Сульфонилдианилин



|  |  |
| --- | --- |
| C12H12N2O2S | М.м. 248,30 |

Содержит не менее 99,0 % и не более 101,0 % дапсона C12H12N2O2S в пересчёте на сухое вещество.

**Описание**. Белый или желтовато-белый кристаллический порошок.

**Растворимость**. Умеренно растворим в спирте 96 %, очень мало или практически нерастворим в воде.

**Подлинность**

*1. ИК-спектрометрия.* Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400 см-1 по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца дапсона*.*

*2. Спектрофотометрия*. Cпектр поглощения 0,0005 % раствора субстанции в спирте 96 % в области длин волн от 230 до 330 нм должен иметь максимумы при 260 нм и 295 нм и минимум при 269 нм. Для приготовления раствора 50 мг субстанции растворяют в 10 мл спирта. 1,0 мл полученного раствора доводят спиртом 96 % до 50,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят спиртом 96 % до 20,0 мл. В качестве раствора сравнения используют спирт 96 %.

*3. ВЭЖХ.*Время удерживания основного вещества на хроматограмме испытуемого раствора должно соответствовать времени удерживания основного вещества на хроматограмме раствора стандартного образца («Родственные примеси»).

Температура плавления. От 175 до 181 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1).

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ВЭЖХ.

*Буферный раствор.* 2,72 гкалия дигидрофосфата и 2,0 г натрия пентансульфоната помещают в химический стакан вместимостью 1 л, растворяют в 800 мл воды, доводят рН фосфорной кислотой до 3,0

*Подвижная фаза (ПФ).* Ацетонитрил – буферный раствор 170:830.

*Испытуемый раствор.* Около 12,5 мг (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 35 мл ПФ, обрабатывают в течение 30 мин на ультразвуковой бане и доводят объём раствора ПФ до метки. Срок годности раствора – 1 сутки.

*Раствор стандартного образца.* Около 12,5 мг (точная навеска) стандартного образца дапсона помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл растворяют в ПФ и доводят объём раствора ПФ до метки. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём раствора ПФ до метки. Срок годности раствора – 2 суток.

*Раствор 4,4`-диаминодифенилсульфида.* 5 мг 4,4`-диаминодифенилсульфида помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, растворяют в ПФ и доводят объём раствора до метки. Срок годности раствора – 5 суток.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* 1,0 мл раствора стандартного образца помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл прибавляют 1,0 мл раствора 4,4`-диаминодифенилсульфида и доводят объём раствора ПФ до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 25,0 × 0,46 см, силикагель октадецилсилильный для хроматографии (С18), 5 мкм; |
| Температура колонки | 25 °С; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 254 нм; |
| Объём пробы | 10 мкл; |
| Время хроматографирования | 4-кратное от времени удерживания основного пика. |

Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы, раствор стандартного образца и испытуемый раствор.

*Пригодность хроматографической системы* определяют в соответствии с ОФС «Хроматография» со следующими уточнениями.

На хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы

- *разрешение (R)* между пиками дапсона и 4,4`-диаминодифенилсульфида должно быть не менее 5;

- *отношение сигнал/шум (S/N)* для пика дапсона должно быть не менее 10;

на хроматограмме раствора стандартного образца:

- *фактор асимметрии* пика (*AS*) дапсона должен быть не более 1,5;

- *относительное стандартное отклонение* площади пика дапсона должно быть не более 2 % (6 определений);

- *эффективность хроматографической колонки (N)*, рассчитанная по пику дапсона, должна составлять не менее 10000 теоретических тарелок.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора:

- площадь пика любой примеси не должна превышать площадь пика дапсона на хроматограмме раствора стандартного образца;

- суммарная площадь пиков всех примесей не должна превышать двукратную площадь основного пика на хроматограмме раствора стандартного образца (не более 1,0 %);

Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 0,1 площади основного пика на хроматограмме растворастандартного образца (менее 0,05 %).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

**Сульфатная зола**. Не более 0,1 % (ОФС «Сульфатная зола»). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

Тяжёлые металлы. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2, в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции, с использованием эталонного раствора 1.

**Остаточные органические растворители**. В соответствии с ОФС «Остаточные органические растворители».

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

**Количественное определение**. Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,1 г (точная навеска) субстанции растворяют в 25 мл разведённой хлористоводородной кислоты 8,3 %, прибавляют 3 г калия бромида, перемешивают, выдерживают 12,5 ± 2,5 мин при температуре 5 °С на ледяной бане, прибавляют 0,2 мл 0,1 % раствора тропеолина 00 и 0,1 мл раствора метиленового синего и титруют 0,1 М раствором натрия нитрита до синего окрашивания без фиолетового оттенка. Первые 7 мл раствора натрия нитрита прибавляют со скоростью 2 мл/мин, затем продолжают титрование со скоростью 50 мкл/мин.

Параллельно проводят контрольный опыт со скоростью титрования 50 мкл в мин.

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 12,42 мг дапсона C12H12N2O2S.

**Хранение**. В плотно закрытой упаковке, в защищённом от света месте.