**Метазид ФС**

**Метазид**

**Metazidum Взамен ФС 42-2468-96**

*N'*,*N'''*-Метиленди(пиридин-4-карбогидразид)



|  |  |
| --- | --- |
| C13H14N6O2 | М. м. 286,29 |

Cодержит не менее 98,5% метазида C13H14N6O2 в пересчете на сухое вещество.

**Описание.** Белый или белый с кремоватым оттенком кристаллический порошок.

**Растворимость.** Легко растворим в разведенных неорганических кислотах, практически нерастворим в воде, спирте 96 % и хлороформе.

**Подлинность.** *1.**ИК-спектрометрия.* Инфракрасный спектр субстанции, снятый в вазелиновом масле, в области от 4000 см-1 до 400 см-1 по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца.

*2. Спектрофотометрия.* Cпектр поглощения 0,0015 % раствора субстанции в 0,1 М растворе хлористоводородной кислоты в области длин волн от 200 до 310 нм должен иметь максимум при 267 нм и минимум при 235 нм. В качестве раствора сравнения используют 0,1 М раствор хлористоводородной кислоты.

*3. Качественная реакция.* К 10 мг субстанции прибавляют 50 мг 2,4-динитрохлорбензола, 3 мл спирта 96 % и кипятят 3 мин. После охлаждения прибавляют две капли 10 % раствора натрия гидроксида; должно появиться жёлтое окрашивание, переходящие в красновато-коричневое.

*4. Качественная реакция.* К 5 мл 2 % раствора динатриевой соли кислоты хромотроповой прибавляют 5 мл кислоты серной концентрированной и 2 мг субстанции; должно появиться красно-фиолетовое окрашивание, тотчас переходящее в фиолетовое.

**Температура плавления.** От 176 до 182 °С (с разложением, ОФС «Температура плавления»).

**Гидразид изоникотиновой кислоты.** Определение проводят методом ТСХ.

*Подвижная фаза (ПФ).* Вода – уксусная кислота – 25 % раствор аммиака 80:1:1

*Испытуемый раствор.* Около 1,0 г (точная навеска) субстанции встряхивают с 10 мл спирта 96 % в течение 10 мин, фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. Раствор используют свежеприготовленным.

*Стандартный раствор.* Около 10 мг (точная навеска) гидразида изоникатиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 20 мл спирта 96 % и доводят объем раствора спиртом 96 % до метки. Срок годности раствора 10 суток.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* В мерной колбе вместимостью 10 мл смешивают 9 мл стандартного раствора и 1 мл испытуемого раствора. Раствор используют свежеприготовленным.

На линию старта пластинки наносят 10 мкл испытуемого раствора (1000 мкг), по 10 мкл стандартного раствора (1 мкг), раствора для проверки пригодности хроматографической системы (0,9 мкг гидразида изоникотиновой кислоты, 100 мкг метазида). Пластинку с нанесенными пробами высушивают на воздухе в течение 10 мин, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат на воздухе в течение 10 мин и просматривают в УФ-свете при 254 нм.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы четко видны две зоны адсорбции.

На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции, находящаяся на уровне зоны адсорбции гидразида изоникотиновой кислоты, по совокупности величины и интенсивности поглощения не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме стандартного раствора (не более 0,1  %).

**Потеря в массе при высушивании**.Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 0,5 г (точная навеска) субстанции высушивают до постоянной массы при температуре от 100 до 105 ° С.

**Формальдегид.** 2 г субстанции встряхивают с 40 мл воды, охлажденной до 0-5 °С, и фильтруют. 3 мл фильтрата, разведенные водой до 10 мл, прибавляют 1 мл кислоты серной разведенной и 5 мл раствора фуксинсернистой кислоты. Раствор не должен окрашиваться в течение 4 мин в сиреневый цвет.

**Мышьяк.** Не более 0,0002 % (ОФС «Мышьяк», метод 1). Для определения используют 0,25  г субстанции.

**Сульфаты.** Не более 0,02 % (ОФС «Сульфаты», метод 1). Для определения используют 10 мл фильтрата, полученного в испытании «Формальдегид».

**Хлориды.** Не более 0,01 % (ОФС «Хлориды»). 4 мл фильтрата доводят водой до 10 мл.

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

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

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

Количественное определение. Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,1 г (точная навеска) субстанции растворяют при нагревании до 30 °С в 100 мл воды, прибавляют 50,0 мл 0,05 М раствора йода и немедленно 30 мл 1 М раствора натрия гидроксида и оставляют в тёмном месте на 20 мин. Прибавляют 50 мл 1 М раствора серной кислоты и титруют выделившейся йод 0,1 Мрастворомнатрия тиосульфата (индикатор – 1 мл 1 % раствора крахмала).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,05 Мраствора йода соответствует 2,86 мг метазида C13H14N6O2.

**Хранение.** В защищённом от света.