**Хлорамфеникол [DL] ФС**

**Хлорамфеникол [DL]**

**Chloramphenicolum [DL] Взамен ФС 42-2317-92**

*rac*-*N*-[(1*R*,2*R*)-2-Гидрокси-1-(гидроксиметил)-2-(4-нитрофенил)этил]-2,2-дихлорацетамид



|  |  |
| --- | --- |
| C 11H12Cl2N2O5 | М.м. 323,13 |

Cодержит не менее 99,0 % и не более 102,0 % хлорамфеникола [DL] C11H12Cl2N2O5 в пересчёте на сухое вещество.

**Описание**.Белый или белый с зеленовато-желтоватым оттенком кристаллический порошок.

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

**Подлинность**

*1. Спектрофотометрия.* Спектр поглощения 0,002 % раствора субстанции в хлористоводородной кислоты растворе 0,1 М в области длин волн от 220 до 400 нм должен иметь максимум при 278 нм и минимум при 237 нм (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).

*2. Качественная реакция.* Нагревают на водяной бане 0,1 г субстанции с 5 мл натрия гидроксида раствора 20 %; должно появиться жёлтое окрашивание, переходящее в красно-оранжевое. При дальнейшем нагревании окраска усиливается, выпадает кирпично-красный осадок и выделяется аммиак, обнаруживаемый по запаху и по посинению влажной лакмусовой бумаги.

*3. Качественная реакция.* Раствор, полученный в предыдущем испытании, нейтрализуют азотной кислотой разведенной 16 % по бумаге индикаторной универсальной и фильтруют. Фильтрат должен давать характерную реакцию на хлориды (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Температура плавления**. От 150 до 154 °С (ОФС «Температура плавления»).

**Удельное вращение**. От -1 до +1 (1 % раствор субстанции в спирте 96 %, ОФС «Поляриметрия»).

**рН**. От 5,5 до 8,5 (5 % водная суспензия, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Родственные примеси**. Определение проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля GF254.

*Подвижная фаза (ПФ)*. Хлороформ – метанол – вода 90:15:1.

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,1 г субстанции, растворяют в метаноле и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5 мг стандартного образца L-треоамина (*rel*-(1*R*,2*R*)-2-амино-1-(4-нитрофенил)пропан-1,3-диол, CAS 2964-48-9), прибавляют 0,5 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора метанолом до метки.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы*. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 5,0 мл раствора сравнения и доводят объём раствора метанолом до метки.

На линию старта пластинки наносят 20 мкл (200 мкг) испытуемого раствора, 20 мкл раствора сравнения (по 1 мкг хлорамфеникола [DL] и D,L-треоамина) и 20 мкл раствора для проверки пригодности хроматографической системы (по 0,5 мкг хлорамфеникола [DL] и D,L-треоамина). Пластинку с нанесёнными пробами высушивают на воздухе в течение 5 мин, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при 254 нм.

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

На хроматограмме испытуемого раствора допускается наличие не более двух дополнительных зон адсорбции. Зона адсорбции, находящаяся на уровне зоны адсорбции D,L-треоамина, по совокупности величины и интенсивности поглощения не должна превышать соответствующую зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %). Зона адсорбции любой другой примеси по совокупности величины и интенсивности поглощения не должна превышать зону адсорбции хлорамфеникола [DL] на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %).

Зона адсорбции на линии старта при оценке не учитывается.

**Хлориды**. Не более 0,01 % (ОФС «Хлориды»). Встряхивают в течение 1 мин 0,3 г субстанции с 15 мл воды и фильтруют. Для определения используют 10 мл фильтрата.

**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 требованиями ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2, в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции, с использованием эталонного раствора 1.

**Остаточные органические растворители.** Всоответствии с ОФС «Остаточные органические растворители».

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

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

Около 0,5 г (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу с притёртой пробкой вместимостью 250 мл, прибавляют 5 г цинка порошка и 20 мл хлористоводородной кислоты концентрированной. Затем прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, обмывая стенки колбы для полного растворения цинка порошка. Колбу с содержимым охлаждают на ледяной бане, прибавляют 3 г калия бромида и далее поступают, как указано в ОФС «Нитритометрия». Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 32,31 мг хлорамфеникола [DL] C11H12Cl2N2O5.

**Хранение.** В защищённом от света месте.