**Месна ФС**

**Месна**

**Mesnum Вводится впервые**

2-Сульфанилэтан-1-сульфонат натрия



|  |  |
| --- | --- |
| C2H5NaO3S2 | М.м. 164,18 |

Cодержит не менее 96,0 % и не более 102,0 % месны C2H5NaO3S2 в пересчёте на сухое вещество.

**Описание.** От белого до желтоватого цвета кристаллический порошок.

\*Гигроскопичен.

**Растворимость.** Легко растворим в воде, мало растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в циклогексане.

**Подлинность**

*1.* *ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»)*.* 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 месны.

*2.* *Качественная реакция.* Субстанция должна давать характерную реакция на натрий (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**\*\*Прозрачность раствора.** Опалесценция раствора 10 г субстанции в 50 мл воды не должна превышать эталон сравнения II (ОФС «Прозрачность и степень мутности жидкостей»).

**\*\*Цветность раствора.** Раствор, полученный в испытании «Прозрачность раствора», должен выдерживать сравнение с эталоном Y7 (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

**pH.** От 4,5 до 6,0 (10 % раствор, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»).

*Подвижная фаза (ПФ).* Растворяют 2,94 г калия дигидрофосфата, 2,94 г дикалия гидрофосфата и 2,6 г тетрабутиламмония гидросульфатав 600 мл воды, доводят значение рН фосфорной кислотой до 2,30±0,05. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 335 мл метанола и доводят объём раствора водой до метки.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 0,1 г субстанции, растворяю в ПФи доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор стандартного образца примеси С.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 4 мг стандартного образца примеси С, растворяют в ПФ и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 2,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор стандартного образца примеси D.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 6 мг стандартного образца примеси D, растворяют в ПФи доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения А.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 3,0 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор сравнения Б.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл раствора сравнения А и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 6,0 мл раствора сравнения А и доводят объём раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 10 мл полученного раствора и доводят объём раствора раствором стандартного образца примеси С.

Примечание.

Примесь А: 2-(карбамимидоилсульфанил)этан-1-сульфоновая кислота, CAS 25985-57-3;

примесь В: 2-[(*N*-карбамимидоилкарбамимидоил)сульфанил]этан-1-сульфоновая кислота, CAS 1391053-66-9;

примесь С: 2-(ацетилсульфанил)этан-1-сульфоновая кислота, CAS 69536-71-6:

примесь D: 2,2'-(дисульфандиил)бис(этан-1-сульфоновая кислота), CAS 45127-11-5;

примесь Е: 2-[(4,6-диамино-1,3,5-триазин-2-ил)сульфанил]этан-1-сульфоновая кислота, CAS 1391054-56-0.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 25,0 × 0,46 см, силикагель октадецилсилильный для хроматографии (С18), 10 мкм; |
| Температура колонки | 25 °С; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 235 нм; |
| Объём пробы | 20 мкл; |
| Время хроматографирования | 4-кратное от времени удерживания пика месны. |

Хроматографируют раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы, раствор стандартного образца примеси D, раствор стандартного образца примеси С, раствор сравнения Б и испытуемый раствор.

*Относительное время удерживания соединений*. Месна – 1 (около 4,8 мин); примесь А – около 0,6; примесь В – около 0,6; примесь Е – около 0,8; примесь C – около 1,4, примесь D – около 2,3.

*Пригодность хроматографической системы*. На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы *разрешение (RS)* между пиком месны и примесью С должно быть не менее 3.

*Поправочные коэффициенты.* Для расчёта содержания площади пиков примесей А, В и Е умножаются на 0,01.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора:

– площадь пика примеси C не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора стандартного образца примеси С (не более 0,2 %);

– площадь пика примеси D не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора стандартного образца примеси D (не более 3,0 %);

– площадь пиков каждой из примесей А, В, Е не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,3 %);

– площадь пика любой единичной неидентифицированной примеси не должна превышать 1,3 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,1 %);

– суммарная площадь пиков всех примесей не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,3 %).

Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 0,15 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,045 %).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 1,0 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 1 г (точная навеска) субстанции высушивают в вакууме до постоянной массы при температуре 60 °С.

 **Сульфаты.** Не более 0,03 % (ОФС «Сульфаты», метод 1). 10 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в воде и доводят объём раствора водой до метки. 5,0 мл полученного раствора доводят водой до 30 мл. Для определения используют 15 мл полученного раствора.

 **Хлориды.** Не более 0,025 % (ОФС «Хлориды»). Помещают 10 г субстанции в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в воде и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

 **\*\*Бактериальные эндотоксины.** Не более 0,4 ЕЭ на 1 мг месны (ОФС «Бактериальные эндотоксины»).

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

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

Около 0,12 г (точная навеска) субстанции растворяют в 10 мл воды, прибавляют 10 мл серной кислоты раствора 1 М, 10 мл йода раствора 0,1 М и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата. Конечную точку титрования определяют с индикатором (1 млкрахмала раствора 1 %, содержащего 0,01 % ртути(II) йодида) до полного обесцвечивания раствора.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 16,42 мг месны C2H5NaO3S2.

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

\*Приводится для информации

\*\*Испытание по показателям «Прозрачность раствора», «Цветность раствора» и «Бактериальные эндотоксины» проводят для субстанции, предназначенной для производства лекарственных препаратов для парентерального применения.