**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Пиритион цинка** |  | **ФС** |
| **Пиритион цинка** |  |  |
| **Pyrithionum zincicum**  |  | **Вводится впервые** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
| Бис(1-оксидопиридин-1-ий-2-тиолато)цинк(II) |
|  |
| C10H8N2O2S2Zn | М.м. 317,69  |

Cодержит не менее 95,0 % пиритиона цинка C10H8N2O2S2Zn в пересчёте на сухое вещество.

Содержит не менее 19,0 % и не более 22,0 % цинка в пересчёте на сухое вещество.

**Описание.** Белый с сероватым оттенком или светло-жёлтый мелкокристаллический порошок.

**Растворимость.** Растворим или умеренно растворим в диметилсульфоксиде, мало растворим в хлороформе, практически нерастворим в воде.

\*Растворяется в минеральных кислотах с образованием опалесцирующего раствора.

**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 пиритиона цинка.

*2. Качественная реакция.* Раствор 0,5 г субстанции в 2 мл хлористоводородной кислоты концентрированной должен давать характерную реакцию Б на цинк (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Температура плавления.** От 246 до 258 °C (с разложением, ОФС «Температура плавления», метод 1).

**pH.** От 6,0 до 9,0 (5 % суспензия субстанции, ОФС «Ионометрия», метод 3).

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

Все растворы использую сразу после приготовления и защищают от света.

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254. Пластинку предварительно погружают в метанол и сушат при температуре 100 °C течение 5 мин.

*Подвижная фаза (ПФ).* Аммиак водный—бутанол 10:90.

*Испытуемый раствор А.* В мерную колбу вместимостью 5 мл помещают 50 мг субстанции, растворяют в 1,0 мл хлористоводородной кислоты 25 % и доводят объем раствора метанолом до метки.

*Испытуемый раствор Б.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора А и доводят объем раствора метанолом до метки.

*Раствор сравнения А.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,5 мл испытуемого раствора Б и доводят объем раствора метанолом до метки.

*Раствор сравнения Б.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора Б и доводят объем раствора метанолом до метки.

*Раствор сравнения В.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 мл испытуемого раствора Б и доводят объем раствора метанолом до метки.

На линию старта пластинки наносят по 10 мкл испытуемого раствора А (100 мкг), раствора сравнения А (1,5 мкг), раствора сравнения Б (1 мкг) и раствора сравнения В (0,5 мкг). Пластинку с нанесёнными пробами сушат на воздухе, помещают в камеру с ПФ, предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч, и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет до конца пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора сравнения В обнаруживается чёткая зона адсорбции.

Зона адсорбции любой примеси на хроматограмме испытуемого раствора по совокупности величины и степени подавления флуоресценции не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения А (не более 1,5 %).

Сумма примесей – не более 3,0 %.

Зону адсорбции на линии старта при оценке не учитывают.

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 3,0 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 1 г (точная навеска) субстанции высушивают при температуре 105 °C в течение 3 ч.

**Сульфаты.** Не более 0,05 % (ОФС «Сульфаты», метод 1).

*Испытуемый раствор.* Встряхивают 1,0 г субстанции с 10,0 мл воды в течение 2 мин и фильтруют. К 2,0 мл полученного фильтрата прибавляют 8,0 мл хлористоводородной кислоты разведённой 8,3 %.

**Хлориды.** Не более 0,01 % (ОФС «Хлориды»).

*Испытуемый раствор.* Встряхивают 0,5 г субстанции с 25 мл воды в течение 1 мин и фильтруют.

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

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

**Количественное определение**

***1. Пиритион цинка.*** Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,2 г (точная навеска) субстанции растворяют в 20 мл хлористоводородной кислоты 25 %, прибавляют 55 мл воды и сразу титруют 0,05 М раствором йода. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (ОФС «Потенциометрическое титрование»).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,05 М раствора йода соответствует 15,88 мг пиритиона цинка C10H8N2O2S2Zn.

***2. Цинк.*** Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ОФС «Атомно-абсорбционная спектрометрия», метод 1).

*Испытуемой раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают около 50 мг (точная навеска) субстанции, растворяют в 5 мл хлористоводородной кислоты разведённой 8,3 % и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

*Стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают около 0,1 г (точная навеска) цинка, растворяют в 5 мл хлористоводородной кислоты разведённой 8,3 % и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

*Калибровочные растворы.* В отдельные мерные колбы вместимостью 50 мл помещают по 0,5; 1,0 и 2,0 мл стандартного раствора и доводят объём растворов водой до метки (концентрация цинка: 1, 2 и 4 мкг/мл соответственно).

*Условия испытания*

|  |  |
| --- | --- |
| Источник излучения | лампа для определения цинка; |
| Атомизатор | пламенный (ацетилен+воздух); |
| Длина волны | 213,9 нм. |

Измеряют поглощение калибровочных и испытуемого растворов. Для каждого раствора проводят не менее 3 измерений.

Строят калибровочную кривую, откладывая по оси ординат значения поглощения, а по оси абсцисс − концентрацию (мкг/мл). Содержание цинка в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Содержание цинка в субстанции в процентах в пересчёте на сухое вещество (*Х*) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C∙100∙50∙100∙100}{a∙1∙(100-W)}=\frac{C∙5∙10^{7}}{a∙(100-W)} ,$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *C* | **–** | содержание цинка, определенное по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | *a* | **–** | навеска субстанции, мкг. |

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

\*Приводится для информации.