МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Пиритион цинка** |  | **ФС.2.1.0618** |
| **Пиритион цинка** |  |  |
| **Pyrithionum zincicum** |  | **Вводится впервые** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
|  |
| C10H8N2O2S2Zn | М.м. 317,69 |
| [13463-41-7] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Бис(2-пиридилтио)1,1'-диоксид цинка.

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

Содержит цинка от 19,0 % до 22,0 % в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

**Описание.** Белый с сероватым оттенком или светло-жёлтый мелкокристаллический порошок со слабым специфическим запахом.

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

\*Растворяется в минеральных кислотах с образованием опалесцирующего раствора.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*1. ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»). Инфракрасный спектр субстанции в области от 4000 до 400 см–1 по положению полос поглощения должен соответствовать спектру фармакопейного стандартного образца пиритиона цинка.

*2. Качественная реакция.* Раствор 0,1 г субстанции в 1 мл хлористоводородной кислоты концентрированной должен давать характерную реакцию Б на цинк (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

ИСПЫТАНИЯ

**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 используют свежеприготовленными и защищают от света.

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Предварительная подготовка пластинки.* Пластинку предварительно погружают в метанол и сушат при температуре 100 °C в течение 5 мин.

*Подвижная фаза (ПФ).* Аммиака раствор концентрированный 25 %—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 объём раствора метанолом до метки.

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

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

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

*Раствор сравнения В.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 мл испытуемого раствора Б и доводят объём 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 пройдёт до конца пластинки, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме раствора сравнения В должна обнаруживаться чёткая зона адсорбции.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции любой примеси по совокупности величины не должна превышать зону адсорбции пиритиона цинка 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). Для определения используют 1 г (точная навеска) субстанции.

**Сульфаты.** Не более 0,05 % (ОФС «Сульфаты», метод 1). Встряхивают 1 г субстанции с 10 мл воды в течение 2 мин и фильтруют. К 2 мл полученного фильтрата прибавляют 8 мл хлористоводородной кислоты разведённой 8,3 %.

**Хлориды.** Не более 0,01 % (ОФС «Хлориды»). Встряхивают 0,5 г субстанции в течение 1 мин с 25 мл воды 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 (ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).

Растворяют 0,2 г (точная навеска) субстанции 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).

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 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 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, получая растворы с содержанием цинка соответственно 1; 2 и 4 мкг/мл.

*Условия испытания*

|  |  |
| --- | --- |
| Источник излучения | лампа для определения цинка; |
| Длина волны | 213,9 нм; |
| Атомизация | воздушно-ацетиленовое пламя. |

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:

$$X=\frac{C∙100∙50∙100·100}{a∙1·10^{6}·(100-W)} ,$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *C* | **–** | содержание цинка, определённое по калибровочному графику, мкг/мл; |
|  | *a* | **–** | навеска субстанции, мг; |
|  | *W* | **–** | потеря в массе при высушивании субстанции, %. |

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.

\*Приводится для информации.