**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Сульфаниламид** |  | **ФС.2.1.0038** |
| **Сульфаниламид** |  |  |
| **Sulfanilamidum** |  | **Взамен ФС.2.1.0038.15** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
|  |
| C6H8N2O2S | М.м. 172,20 |
| [63-74-1] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

4-Аминобензолсульфонамид.

Содержит не менее 99,0 % и не более 101,0 % сульфаниламида C6H8N2O2S в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

**Описание**. Белый или желтовато-белый кристаллический порошок.

**Растворимость**. Легко растворим в ацетоне, умеренно растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в метиленхлориде, мало растворим в воде.

\*Растворяется в разбавленных растворах щелочных гидроксидов и минеральных кислот.

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 сульфаниламида.

*2.* *Спектрофотометрия (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 15 мг субстанции, растворяют в хлористоводородной кислоты растворе 1 М и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

Спектр поглощения испытуемого раствора в области длин волн от 220 до 320 нм (в кювете толщиной 1 см) должен иметь максимумы при 264 нм и 271 нм, минимумы при 241 нм и 268 нм и плечо в области от 257 до 261 нм.

*3. Качественная реакция*. Субстанция должна давать характерную реакцию на амины ароматические первичные (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

ИСПЫТАНИЯ

**Температура плавления**. От 164 до 167 °С (ОФС «Температура плавления»).

**Кислотность**. Нагревают 0,8 г субстанции на водяной бане с 40 мл воды, свободной от диоксида углерода. После быстрого охлаждения раствор фильтруют. К 25 мл фильтрата прибавляют 0,1 мл бромтимолового синего раствора 0,1 %. Окраска раствора должна изменяться при прибавлении не более 0,05 мл 0,05 М раствора натрия гидроксида.

**Органические примеси**. Растворяют при встряхивании 0,3 г субстанции в 5 мл серной кислоты концентрированной. Окраска полученного раствора должна быть не интенсивнее окраски эталона Y6 (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

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

*Пластинка*. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

# *Предварительная подготовка пластинки.* Пластинку погружают в камеру с ацетоном, промывают восходящим методом и высушивают на воздухе в течение 20 мин.

*Подвижная фаза (ПФ)*. Аммиака раствор концентрированный 25 %—метанол—хлороформ 30:90:160.

*Растворитель.* Аммиака раствор концентрированный 25 %—спирт 96 % 10:90.

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

*Раствор сульфаниловой кислоты.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,1 г сульфаниловой кислоты, растворяют в 70 мл растворителя и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения*. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 0,25 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 мл полученного раствора и доводят объём раствора растворителем до метки.

На линию старта пластинки наносят по 10 мкл испытуемого раствора (100 мкг) и раствора сравнения (0,5 мкг) и в одну точку – по 10 мкл испытуемого раствора (100 мкг) и раствора сульфаниловой кислоты (0,5 мкг). Пластинку с нанесёнными пробами сушат на воздухе, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдёт около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме испытуемого раствора и раствора сульфаниловой кислоты, нанесённые в одну точку, должны обнаруживаться 2 разделённые зоны адсорбции.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции любой примеси по совокупности величины и степени интенсивности флуоресценции не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %). Сумма примесей – не более 0,5 %.

\*\***Хлориды**. Не более 0,02 % (ОФС «Хлориды»). Встряхивают 1,0 г субстанции с 20 мл воды в течение 1 мин и фильтруют. Для определения 2 мл фильтрата доводят водой до 10 мл.

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

**Потеря в массе при высушивании**. Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют 0,5 г (точная навеска) субстанции.

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

**Тяжёлые металлы**. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы» (метод 3А или 3Б), в зольном остатке, полученном в испытании «Сульфатная зола», с использованием эталонного раствора 1.

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

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

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом нитритометрии (ОФС «Нитритометрия»).

Для определения используют 0,25 г (точная навеска) субстанции. В случае применения внутренних индикаторов используют тропеолин 00 в смеси с метиленовым синим.

1 мл0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 17,22 мг сульфаниламида С6Н8N2О2S.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.

\*Приводится для информации.

\*\*Необходимость включения показателя обусловлена спецификой получения субстанции.