ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

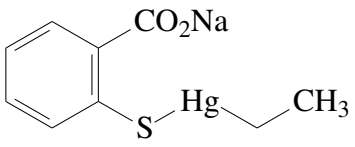
ФС.0.0.0000

Вводится впервые

ТИОМЕРСАЛ

Thiomersalum

Thiomersal



$C_9H_9HgNaO_2S$ M_r 404,8
[54-64-8]

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Натрия этил[2-сульфанилбензоато(2-)-*O,S*]меркурат(1-).

Содержание: от 97,0 % до 101,0 % в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

***Описание*:** белый или почти белый кристаллический порошок.

***Растворимость*:** легко растворима в воде, умеренно растворима или растворима в этаноле (96 %), практически нерастворима в метиленхлориде.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: Б, Г.

Вторая идентификация: А, В, Г.

А. **Температура плавления** (*ОФС «Температура плавления – капиллярный метод»*). От 103 ºС до 115 ºС.

0,5 г испытуемого образца растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл. Прибавляют 2 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р*. Полученный белый осадок промывают *водой Р* и высушивают в вакууме (*ОФС «Потеря в массе при высушивании»*) при давлении, не превышающем 0,7 кПа.

ПРОЕКТ

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

Образец сравнения: фармакопейный стандартный образец *тиомерсала*.

В. Обрабатывают 50 мг испытуемого образца методом сжигания в колбе с кислородом (*ОФС «Метод сжигания в колбе с кислородом»*). Для поглощения продуктов горения используют смесь 1 мл *водорода пероксида раствора концентрированного Р* и 50 мл *воды Р*. К полученному раствору прибавляют 5 мл *азотной кислоты разбавленной Р*. 0,1 мл полученого раствора должен давать реакцию А на ртуть (*ОФС «Качественные реакции для идентификации»*).

К оставшейся части раствора прибавляют 10 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р* и фильтруют. 5 мл фильтрата без дополнительного прибавления кислоты должны давать реакцию А на сульфаты (*ОФС «Качественные реакции для идентификации»*).

Г. Раствор S (см. раздел *Испытания*) должен давать реакцию А на натрий (*ОФС «Качественные реакции для идентификации»*).

ИСПЫТАНИЯ

Раствор S. 2,0 г испытуемого образца растворяют в *воде, свободной от углерода диоксида, Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 25 мл.

Прозрачность раствора (*ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»*). Опалесценция раствора S не должна превышать опалесценцию суспензии сравнения II.

Цветность раствора (*ОФС «Степень окраски жидкостей», метод II*). Окраска раствора S не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения B_6.

pH раствора (*ОФС «Потенциометрическое определение pH»*). От 6,0 до 8,0.

5 мл раствора S доводят *водой, свободной от углерода диоксида, Р* до 50 мл.

ПРОЕКТ

Неорганические соединения ртути. Не более 0,70 %.

Все растворы защищают от света в ходе выполнения испытания.

Исходный испытуемый раствор. 25 мг испытуемого образца растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 25,0 мл.

Исходный раствор сравнения. 95,0 мг *ртути(II) хлорида Р* растворяют в *воде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 50,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят *водой Р* до 20,0 мл.

Испытуемый раствор, раствор сравнения, контрольные растворы. Маркируют пять мерных колб вместимостью 10 мл буквами A, B, C, D и E. Помещают по 5 мл испытуемого раствора в колбы A, B, C и D. В колбы C и D прибавляют по 0,5 мл раствора сравнения. Объём содержимого колб A и C доводят *водой Р* до 10 мл (контрольные растворы A и C). Содержимое колб B и D доводят свежеприготовленным раствором 332 г/л *калия йодида Р* до 10 мл (испытуемый раствор B и раствор сравнения D). В колбу E помещают 5 мл раствора 332 г/л *калия йодида Р* и доводят объём раствора *водой Р* до 10 мл (контрольный раствор E).

Измеряют оптическую плотность каждого раствора (A_a, A_b, A_c, A_d и A_e) (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»*) при длине волны 323 нм, используя *воду Р* в качестве компенсационной жидкости.

Содержание неорганических соединений ртути, выраженное как Hg, рассчитывают по формуле:

$$\frac{(A_b - A_a - A_e) \cdot m_R \cdot 0{,}1847}{(A_d - A_c - A_b + A_a) \cdot m_T},$$

где: m_R – масса хлорида ртути в растворе сравнения в миллиграммах (мг);

m_T – масса испытуемого образца в миллиграммах (мг).

Потеря в массе при высушивании (*ОФС «Потеря в массе при*

ПРОЕКТ

высушивании»). Не более 0,5 %.

1,000 г испытуемого образца высушивают в эксикаторе в вакууме при давлении, не превышающем 0,7 кПа, в течение 24 ч.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

0,5 г испытуемого образца помещают в длинногорлую колбу для сжигания объёмом 100 мл, прибавляют 5 мл *серной кислоты Р* и осторожно нагревают до обугливания, продолжают нагревание и прибавляют по каплям *водорода пероксида раствор концентрированный Р* до обесцвечивания смеси. Разбавляют *водой Р*, упаривают до появления лёгкого дымления, доводят объём раствора *водой Р* до 10 мл, охлаждают и титруют *0,1 М раствором аммония тиоцианата*, используя в качестве индикатора *железа(III) аммония сульфата раствор Р2*.

1 мл *0,1 М раствора аммония тиоцианата* соотвествует 20,24 мг $C_9H_9HgNaO_2S$.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.

ПРОЕКТ