**Нафазолина нитрат ФС**

**Нафазолин**

**Naphazolini nitras Взамен ФС 42-2911-92**

2-(Нафталин-1-илметил)-4,5-дигидро-1*H*-имидазола нитрат



|  |  |
| --- | --- |
| C14H14N2HNO3 | М.м. 273,29 |

Cодержит не менее 98,0 % и не более 101,0 % нафазолина нитрата C14H14N2HNO3 в пересчете на сухое вещество.

**Описание**. От белого до белого с кремоватым оттенком кристаллический порошок.

**Растворимость**. Умеренно растворим в воде, растворим в спирте 96%, очень мало растворим в хлороформе.

**Подлинность.** *1. ИК-спектрометрия.* 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 нафазолина нитрата.

*2.* *Спектрофотометрия*. Спектр поглощения испытуемого раствора в области длин волн от 230 до 350 нм должен иметь максимумы при 270 нм, 280 нм, 287 нм и 291 нм. Рассчитанные отношения оптических плотностей при длинах волн 270, 287 и 291 нм к оптической плотности при длине волны 280 нм должны находиться в пределах 0,82–0,86, 0,67–0,70 и 0,65–0,69 соответственно.

*Испытуемый раствор*. Около 50,0 мг субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты, доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 25,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора 0,01 М раствором хлористоводородной кислоты до метки.

Снимают спектр поглощения полученного раствора в кювете с толщиной слоя 1 см относительно 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты в области длин волн от 230 до 350 нм.

*3. Качественная реакция*.

Около 0,5 мг субстанции растворяют в 1 мл метилового спирта, прибавляют 0,5 мл свежеприготовленного 5 % раствора натрия нитропруссида и 0,5 мл 1 М раствора натрия гидроксида, перемешивают и оставляют на 10 мин, затем прибавляют 2 мл 4,2 % раствора натрия гидрокарбоната и перемешивают; появляется фиолетовое окрашивание.

*4. Качественная реакция*. Субстанция должна давать характерную реакцию на нитраты (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Температура плавления.** От 167 до 170 °C (ОФС «Температура плавления»).

**Прозрачность раствора.** Раствор 0,5 г субстанции в 50 мл воды должен быть прозрачным (ОФС «Прозрачность и степень мутности жидкостей»).

**Цветность раствора.** Раствор, полученный в испытании «Прозрачность раствора», должен быть бесцветным (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ВЭЖХ.

*Подвижная фаза (ПФ).* Растворяют 1,1 г натрия октансульфоната в смеси, состоящей из 700 мл воды, 300 мл ацетонитрила и 5 мл уксусной кислоты ледяной.

*Испытуемый раствор.* Около 50 мг (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ПФ и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор*. Около 5 мг 1-нафтилуксусной кислоты (примесь B) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ПФ, прибавляют 5,0 мл испытуемого раствора и доводят объем раствора ПФ до метки.

*Раствор стандартного образца примеси А нафазолина.* Около 5 мг стандартного образца примеси А нафазолина помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ПФ и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 5,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора ПФ до метки.

*Раствор сравнения.* 2,0 мл испытуемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора ПФ до метки. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора ПФ до метки.

*Примечание.*

Примесь А: *N*-(2-Аминоэтил)-2-(нафталин-1-ил)ацетамид, CAS 36321-43-4;

Примесь B: (Нафталин-1-ил)уксусная кислота, CAS 86-87-3;

Примесь C: (Нафталин-1-ил)ацетонитрил, CAS 132-75-2;

Примесь D: 2-(Нафталин-2-илметил)-4,5-дигидро-1*H*-имидазол, CAS 22126-67-6.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 25,0 × 0,40 см, силикагель октадецилсилильный, деактивированный по отношению к основаниям, эндкепированный для хроматографии (С18), 4 мкм; |
| Температура колонки | 25 °С; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 280 нм; |
| Объём пробы | 20 мкл. |

Хроматографируют стандартный раствор, раствор стандартного образца примеси А нафазолина и испытуемый раствор.

*Пригодность хроматографической системы.*

На хроматограмме стандартного раствора *разрешение (R)* между пиками нафазолина и примеси В должно быть не менее 5,0.

*Относительные времена удерживания соединений.*

Нафазолин – 1 (около 14 мин), примесь А – около 0,76, примесь В – около 1,27, примесь С – около 2,8, примесь D – около 1,24.

*Допустимое содержание примесей.*

На хроматограмме испытуемого раствора:

– площадь пика примеси А не должна превышать площади основного пика на хроматограмме раствора стандартного образца примеси А нафазолина (не более 0,5 %).

– площадь пика любой другой примеси не должна превышать 0,5 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,1 %);

– суммарная площадь пиков всех примесей не должна превышать пятикратной площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 1,0 %).

Не учитывают пик нитрат-иона в области «мертвого объема» и пики, площадь которых менее 0,25 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,05 %).

**pH.**От 5,5 до 7,0 (1 % раствор, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Хлориды.** Не более 0,02 % (ОФС «Хлориды»). 0,2 г субстанции растворяют в 20 мл воды.

**Сульфаты.** Не более 0,02 % (ОФС «Сульфаты»). 1,0 г субстанции растворяют в 20 мл воды.

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

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

**Тяжёлые металлы**. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2, в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции с использованием эталонного раствора 1.

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

**Микробиологическая чистота**. В соответствии сОФС «Микробиологическая чистота».

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

Около 0,2 г субстанции (точная навеска) растворяют в 30 мл уксусной кислоты безводной. Полученный раствор титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (ОФС «Потенциометрическое титрование»).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 27,33 мг C14H14N2HNO3.

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