**Нафтифина гидрохлорид ФС**

**Нафтифина**

**Naftifini hydrochloridum Вводится впервые**

(2*E*)-*N*-Метил-*N*-(нафталин-1-илметил)-3-фенилпроп-2-ен-1-амина гидрохлорид



|  |  |
| --- | --- |
| C21H21N·HCl | М.м. 323,86 |

Cодержит не менее 98,0 % и не более 102,0 % нафтифина гидрохлорида C21H21N·HCl в пересчёте на сухое вещество.

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

**Растворимость**. Растворим или умеренно растворим в спирте 96 %, легко растворим или растворим в метаноле, мало растворим в ацетоне и воде.

**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 нафтифина гидрохлорида.

*2. ВЭЖХ.* Время удерживания основного пика на хроматограмме испытуемого раствора должно соответствовать времени удерживания пика нафтифина на хроматограмме раствора стандартного образца нафтифина гидрохлорида (раздел «Количественное определение»).

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

**Температура плавления.** От 175 до 179 °С (с разложением, ОФС «Температура плавления», метод 1).

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»).

*Подвижная фаза (ПФ).* Муравьиная кислота—диметилформамид—этанол—гексан 2:40:60:200.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,1 г субстанции, прибавляют 70 мл ПФ, перемешивают в течение 1 ч и доводят объём раствора ПФ до метки.

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

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мг коричного альдегидида, растворяют в ПФ и доводят объём раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора раствором сравнения до метки.

*Раствора для проверки чувствительности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 5,0 мл раствора сравнения и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 250 × 4,6 мм, силикагель для хроматографии, 5 мкм; |
| Температура колонки | 30 °С; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 270 нм; |
| Объём пробы | 20 мкл; |
| Время хроматографирования | 3-кратное от времени удерживания пика нафтифина. |

Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы, раствор сравнения и испытуемый раствор.

*Относительное время удерживания соединений.* Нафтифин – 1 (около 10 мин); коричный альдегид – около 0,4.

*Пригодность хроматографической системы*

На хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы:

– *разрешение (RS)* между пиками коричного альдегида и нафтифина должно быть не менее 5;

– *фактор асимметрии* *пика* (*AS*) нафтифина должен быть не менее 0,8 и не более 1,5;

– *относительное стандартное отклонение* площади пика нафтифина должно быть не более 3% (6 определений);

– *эффективность хроматографической колонки (N)*, рассчитанная по пику нафтифина, должна составлять не менее 5000 теоретических тарелок.

На хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы *отношение сигнал/шум (S/N)* для пика нафтифина должно быть не менее 10.

 *Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора:

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

– суммарная площадь пиков всех примесей не должна более чем в 10 раз превышать площадь пика нафтифина на хроматограмме раствора сравнения (не более 1,0 %).

Не учитывают пики с площадью менее площади основного пика на хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы (менее 0,05 %).

 **Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1,0 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 0,002 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2, в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции, с использованием эталонного раствора 2.

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

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

**Количественное определение**. Определение проводят методом ВЭЖХ в условиях испытания «Родственные примеси» со следующими изменениями.

*Испытуемый раствор.* Около 0,1 г (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 70 мл ПФ, перемешивают в течение 1 ч и доводят объём раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

 *Раствор стандартного образца нафтифина гидрохлорида.* Около 10 мг (точная навеска) стандартного образца нафтифина гидрохлорида помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 70 мл ПФ, перемешивают в течение 1 ч и доводят объём раствора ПФ до метки.

 Хроматографируют раствор стандартного образца нафтифина гидрохлорида и испытуемый раствор.

*Пригодность хроматографической системы*. На хроматограмме раствора стандартного образца нафтифина гидрохлорида:

– *фактор асимметрии* *пика* (*AS*) нафтифина должен быть не более 2,0;

– *относительное стандартное отклонение* площади пика нафтифина должно быть не более 2,0 % (6 определений);

– *эффективность хроматографической колонки (N)*, рассчитанная по пику нафтифина, должна составлять не менее 5000 теоретических тарелок.

Содержание нафтифина гидрохлорида C21H21N·HCl в субстанции в процентах ($X$) в пересчёте на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{S\_{1}∙a\_{0}∙100∙50∙100∙P}{S\_{0}∙a\_{1}∙100∙5∙(100-W)}=\frac{S\_{1}∙a\_{0}∙P∙1000}{S\_{0}∙a\_{1}∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S*1 | **–** | площадь пика нафтифина на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *S*0 | **–** | площадь пика нафтифина на хроматограмме раствора стандартного образца нафтифина гидрохлорида; |
|  | *a*1 | **–** | навеска субстанции, мг; |
|  | *a*0 | **–** | навеска стандартного образца нафтифина гидрохлорида, мг; |
|  | *P* | **–** | содержание нафтифина гидрохлорида в стандартном образце нафтифина гидрохлорида, %; |
|  | *W* | **–** | потеря в массе при высушивании, %. |

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