|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Метилсалицилат** |  | **ФС** |
| **Метилсалицилат** |  |  |
| **Methylis salicylas** |  | **Взамен ФС 42-3356-97** |

|  |
| --- |
|  |

Метил(2-гидроксибензоат)



|  |  |
| --- | --- |
| C8H8O3 | М. м. 152,15 |

Cодержит не менее 99,0 % и не более 100,5 % метилсалицилата C8H8O3.

**Описание.** Бесцветная или слегка желтоватая жидкость с характерным запахом.

**Растворимость.** Очень мало растворим в воде, смешивается со спиртом 96 %.

**Подлинность**

1. *Качественная реакция.* Взбалтывают 0,1 мл субстанции с 10 мл воды, прибавляют 0,05 мл железа(III) хлорида раствора 3 %; должно появиться фиолетовое окрашивание.

*2. Качественная реакция.* Растворяют 0,2 мл субстанции при нагревании в 2 мл натрия гидроксида раствора 10 %. Прибавляют 10 мл воды и 3 мл хлористоводородной кислоты разведённой 10 %; должен образоваться белый кристаллический осадок (салициловая кислота), который отфильтровывают, промывают водой и сушат в эксикаторе над серной кислотой концентрированной. Температура плавления полученного остатка должна быть от 156 до 161 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1).

**Относительная плотность.** От 1,180 до 1,186 (ОФС «Плотность», метод 1).

**Показатель преломления.** От 1,535 до 1,538 (ОФС «Рефрактометрия»).

Прозрачность раствора. Раствор 2 мл субстанции в 10 мл спирта 96 % должен быть прозрачным (ОФС «Прозрачность и степень мутности жидкостей»).

Цветность раствора. Раствор, полученный в испытании «Прозрачность раствора», должен выдерживать сравнение с эталоном Y7 (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

Кислотность. Встряхивают 5 мл субстанции с 25 мл воды, свободной от углерода диоксида в течение 3 мин и сразу титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида до розового окрашивания водного слоя (индикатор – 1 капля фенолфталеина раствора 1 %). Для изменения окраски раствора на розовую должно потребоваться не более 0,4 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида.

**Фенол**. Определение проводят методом ГХ (ОФС «Газовая хроматография»).

Все растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. Около 2 г (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в спирте 96 % и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор.* Около 50 мг (точная навеска) фенола помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в спирте 96 % и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора спиртом 96 % до метки.

Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают по 10 мг субстанции и фенола, растворяют в спирте 96 % и доводят объём раствора тем же растворителем до метки*.*

*Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл стандартного раствора и доводят объём раствора спиртом 96 % до метки*.*

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | поли(диметил)(дифенил)силоксан 30 м × 0,32 мм, (толщина слоя 0,5 мкм); |
| Детектор | пламенно-ионизационный; |
| Газ-носитель | гелий для хроматографии; |
| Линейная скорость | 1,0 мл/мин; |
| Объем пробы | 1 мкл. |

*Температурная программа*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Время, мин | Температура, °С | Скорость, °С/мин |
| Колонка | 0–5 | 90 | – |
| 5–14 | 90 → 180 | 10 |
| Инжектор |  | 210 |  |
| Детектор |  | 220 |  |

Хроматографируют раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы, раствор для проверки чувствительности хроматографической системы, стандартный и испытуемый растворы.

Пригодность хроматографической системы

На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы *разрешение (RS)* между пиками этанола и фенола должно быть не менее 5,0.

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

На хроматограмме стандартного раствора *относительное стандартное отклонение* площади пика фенола должно быть не более 4 % (6 определений).

Содержание фенола в субстанции в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S*1 | − | площадь пика фенола на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *S*0 | − | площадь пика фенола на хроматограмме стандартного раствора; |
|  | *а*1 | **–** | навеска субстанции, мг; |
|  | *а*0 | **–** | навеска фенола, мг; |
|  | *P* | − | содержание основного вещества в феноле, %. |

Допустимое содержание примесей:

–фенол – не более 0,05 %.

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 титриметрии.

Около 1 г (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 25,0 мл натрия гидроксида раствора 0,5 М и взбалтывают до полного растворения. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане от 10 до 15 мин. Раствор охлаждают и титруют 0,5 М раствором хлористоводородной кислоты (индикатор – 1 капля фенолфталеина раствора 1 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,5 М раствора натрия гидроксида соответствует 76,07 мг метилсалицилата C8H8О3.

**Хранение.** В плотно закрытой упаковке, в защищённом от света месте.