МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Бромнафтохинон** |  | **ФС** |
| **Бромнафтохинон** |  |  |
| **Bromnaphthochinonum** |  | **Взамен ФС 42-2591-88** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
| 6-Бром-1,2-нафтохинон |
|  |
| C10H5BrO5 | М.м. 237,04  |

Cодержит не менее 98,0 % бромнафтохинона C10H5BrO5 в пересчете на сухое вещество.

**Описание.** Красновато-оранжевый кристаллический порошок.

**Растворимость**. Умеренно растворим в хлороформе, очень мало растврим в спирте 95%, практически нерастворим в воде*.*

**Подлинность.**

*1.* *Качественная реакция*. К 50 мг субстанции прибавляют 10 мл ацетона, 5 мл хлористоводородной кислоты раствора 0,1 М, 15 мл натрия тиосульфата раствора 0,1 М, перемешивают. Раствор должен обесцветиться. К полученному раствору прибавляют 6 мл натрия гидроксида раствора 0,1 М. Раствор должен приобрести фиолетово-красное окрашивание.

2.*Качественная реакция*. В фарфоровый тигель помещают 0,3 г субстанции, прибавляют 1,5 г смеси для спекания, выдерживают в муфельной печи в течение 60 мин при температуре 800 – 900 °С, охлаждают до комнатной температуры, остаток растворяют в 10 мл воды и фильтруют. Полученный раствор должен давать характерную реакцию Б на бромиды (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Родственные примеси.** Определения проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»). Все растворы используют свежеприготовленными.

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Подвижная фаза (ПФ).* Муравьиная кислота безводная – хлороформ безводный 2:98.

*Испытуемый раствор*. Растворяют 0,1 г субстанции в 4 мл ПФ.

*Раствор сравнения А.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10 мг нитроанилина, растворяют в 70 мл метанола и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения Б.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10 мг субстанции, растворяют в 70 мл метанола и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* Раствор сравнения А – раствор сравнения Б 1:1.

На линию старта пластинки наносят 10 мкл испытуемого раствора (250 мкг) и по 5 мкл раствора сравнения А (0,5 мкг), раствора сравнения Б (0,5 мкг) и растворадля проверки пригодности хроматографической системы (0,25 мкг). Пластинку с нанесенными пробами помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80–90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры и сушат на воздухе в течение 5 мин. Затем пластинку выдерживают в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 15 мин и просматривают в дневном свете.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы четко видны две зоны адсорбции.

На хроматограмме испытуемого раствора число зон адсорбции примесей с Rs ˂ 1 по раствору сравнения Б не должно превышать пяти и по величине и интенсивности окрашивания не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,2%).

На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции примеси с Rs > 1 по раствору сравнения Б по величине и интенсивности окрашивания не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,2%).

Суммарное содержание примесей не должно превышать 1,2%

**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.

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

Около 0,1 г (точная навеска) субстанции растворяют в 25 мл уксусной кислоте ледяной, перемешивают. К полученному раствору прибавляют 40 мл воды, 2,0 г калия йодида, перемешивают и прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М, 2 мл крахмала раствора 0,5% и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (ОФС «Потенциометрическое титрование»).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 0,01185 мг бромнафтохинона C10H5BrO5.

**Хранение**. В защищенном от света месте.