МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Хлорнитрофенол** |  | **ФС** |
| **Хлорнитрофенол** |  |  |
| **Chlornitrophenolum** |  | **Взамен ВФС 42-2502-95, ВФС 42-2559-95** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
| 2-Хлор-4-нитрофенол |
|  |
| C6H4ClNO3 | М.м. 173,55 |

Содержит не менее 98,5 % и не более 101,5 % хлорнитрофенола C6H4ClNO3 в пересчёте на сухое вещество.

**Описание.** Белый с зеленовато-желтоватым оттенком кристаллический порошок.

**Растворимость.** Практически нерастворим в воде, легко растворим в спирте 96 % и эфире, растворим в хлороформе.

**Подлинность**

*1. Спектрофотометрия* (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»). Спектр поглощения испытуемого раствора в области длин волн от 300 до 500 нм должен иметь максимум при 400 нм.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 50 мг субстанции, растворяют в 10 мл спирта 96 % и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора, прибавляют 2,0 мл аммиака раствора концентрированного 25 % и доводят объём раствора водой до метки.

*2. Качественная реакция.* К 25 мг субстанции прибавляют 5 мл воды, встряхивают в течение 2 мин, прибавляют 0,2 мл железа(III) хлорида раствора; должно появиться красно-фиолетовое окрашивание.

*3. Качественная реакция.* В фарфоровую выпарительную чашку помещают 25 мг субстанции, прибавляют 0,5 мл дифениламина раствора и нагревают в течение 30 с; через 3 мин должно появиться синее окрашивание, усиливающееся при стоянии.

**Температура плавления.** От 107 до 111 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1). Определение проводят после высушивания субстанции при температуре от 65 до 75 °С.

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля.

*Подвижная фаза (ПФ).* В делительную воронку вместимостью 100 мл помещают 25 мл бензола и 5 мл муравьиной кислоты безводной. Смесь встряхивают в течение 4±1 мин. После разделения слоёв верхний слой используют для приготовления смеси. Смешивают 20 мл бензола, насыщенного муравьиной кислотой, и 0,4 мл этилацетата.

*Испытуемый раствор.* В 10 мл ацетона растворяют 1 г субстанции.

*Стандартный раствор.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мг хлорнитрофенола, растворяют в ацетоне и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

*Реактив для детектирования.* В 30 мл спирта 96 % растворяют 1 г диметиламинобензальдегида, прибавляют 3 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и 180 мл бутанола. В 100 мл хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 % растворяют 1 г олова(II) хлорида. Смешивают равные объёмы полученных растворов непосредственно перед применением.

На линию старта пластинки наносят 2 мкл испытуемого раствора (200 мкг), 2 мкл (1 мкг) и 4 мкл (2 мкг) стандартного раствора. Пластинку с нанесёнными пробами высушивают на воздухе в течение 10 мин, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдёт около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей, опрыскивают реактивом для детектирования и просматривают при дневном свете.

На хроматограмме испытуемого раствора допускается наличие не более двух зон адсорбции (4-нитрофенол, RS около 0,26 и 2,6-дихлор-4-нитрофенол, RS около0,46), не превышающих по интенсивности окраски и величине зоны адсорбции на хроматограммах стандартного раствора, содержащих 1 мкг и 2 мкг субстанции соответственно (не более 0,5 и 1,0 %).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 0,5 г (точная навеска) субстанции высушивают до постоянной массы при температуре 70±5 °С.

**Сульфаты.** Не более 0,05 % (ОФС «Сульфаты», метод 1). В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 0,5 г субстанции, прибавляют воду, встряхивают в течение 2 мин и фильтруют. Для определения используют 10 мл полученного фильтрата.

**Хлориды.** Не более 0,02 % (ОФС «Хлориды»). В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 5,0 мл фильтрата, полученного в испытании «Сульфаты», и доводят объём раствора водой до метки.

**Сульфатная зола.** Не более 0,1 % (ОФС «Сульфатная зола»). Для определения используют около 1 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 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 0,15 г (точная навеска) субстанции смешивают с 5 мл воды и 5 мл хлористоводородной кислоты концентрированной. При постоянном перемешивании медленно прибавляют небольшими порциями 0,5 г цинка порошка. Продолжают перемешивание в течение 2 мин и далее поступают, как указано в ОФС «Нитритометрия».

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 17,35 мг хлорнитрофенола C6H4ClNO3.

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