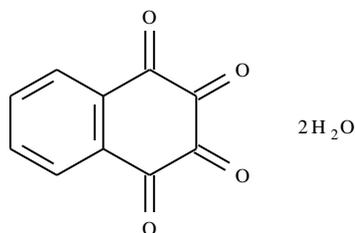


ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Диоксотетрагидрокситетрагидронафталин	ФС.2.1.0229.22
Диоксотетрагидрокситетрагидронафталин	
Dioxotetrahydroxytetrahydronaphthalinum	Взамен ФС 42-0062-01

1,2,3,4-Тетраоксонафталин дигидрат



$C_{10}H_4O_4 \cdot 2H_2O$

М.м. 224,17

Содержит не менее 99,0 % и не более 102,0 % диоксотетрагидрокситетрагидронафталина $C_{10}H_4O_4 \cdot 2H_2O$ в пересчёте на безводное вещество.

Описание. Белый или белый с кремовым или розоватым оттенком кристаллический порошок.

Растворимость. Легко растворим в воде и спирте 96 %, мало растворим в эфире, практически нерастворим в хлороформе.

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 диоксотетрагидрокситетрагидронафталина.

2. *Спектрофотометрия* (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»). Спектр поглощения 0,001 % раствора субстанции в хлористоводородной кислоты растворе 0,1 М в области длин волн от 200 до 340 нм должен иметь максимумы при 228, 260 и 305 нм и минимумы при 246 и 287 нм.

3. *Качественная реакция*. Растворяют 10 мг субстанции в 5 мл воды и прибавляют 0,2 мл натрия гидроксида раствора 30 %; должно появиться сине-фиолетовое окрашивание.

4. *Качественная реакция*

Раствор натрия гидросульфита. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 7,31 г натрия гидросульфита, растворяют в воде и доводят объём раствора водой до метки.

Растворяют 0,2 г субстанции в 5 мл воды, прибавляют 5 мл раствора натрия гидросульфита и нагревают при перемешивании в течение 2 мин на водяной бане; должно появиться красное окрашивание, в течение 10 мин должен образоваться кирпично-красный осадок изонафтазарина. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают 5 мл воды и сушат на воздухе в течение 1 ч. Определяют температуру разложения изонафтазарина, которая должна быть не ниже 276 °С.

Температура плавления. От 129 до 134 °С (с разложением, ОФС «Температура плавления», метод 1, без предварительного подсушивания).

рН. От 4,0 до 5,0 (5 % раствор субстанции, ОФС «Ионометрия», метод 3).

Изонафтазарин. Определение проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

Все растворы используют свежеприготовленными.

Раствор щавелевой кислоты. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 2 г щавелевой кислоты дигидрата, растворяют в этаноле и доводят объём раствора этанолом до метки.

Пластинка. ТСХ пластинка со слоем силикагеля. Предварительно пластинку погружают в раствор щавелевой кислоты, сушат на воздухе и высушивают при температуре 96 °С в течение 5 мин.

Подвижная фаза (ПФ). Муравьиная кислота безводная—бензол—этилацетат 10:50:50.

Испытуемый раствор. Растворяют 0,1 г субстанции в 2 мл смеси муравьиная кислота безводная—ацетон 5:95.

Стандартный раствор. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10 мг изонафтазарина, полученного в разделе «Подлинность», растворяют в 85 мл ацетона и доводят объём раствора ацетоном до метки.

Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. Смешивают равные объёмы испытуемого раствора и стандартного раствора.

На линию старта пластинки наносят полосами длиной 0,5 см по 5 мкл испытуемого раствора (250 мкг), стандартного раствора (0,5 мкг) и 10 мкл раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы. Не допуская высушивания нанесённых проб, пластинку 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 на воздухе в течение 5 мин, выдерживают в камере с парами аммиака, предварительно насыщенной с помощью 20 мл аммиака водного, в течение 3 мин и просматривают при дневном свете.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы чётко видны две разделённые зоны адсорбции.

Зона адсорбции изонафтазарина на хроматограмме испытуемого раствора по совокупности величины и интенсивности окраски не должна

превышать зону адсорбции изонафтазарина на хроматограмме стандартного раствора (не более 0,2 %).

Зону адсорбции на линии старта при оценке не учитывают.

Вода. От 15,8 до 17,0 % (ОФС «Определение воды», метод 1). Для определения используют около 0,2 г (точная навеска) субстанции.

Хлориды. Не более 0,02 % (ОФС «Хлориды»). Растворяют 0,1 г субстанции в 10 мл воды.

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

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 60 мг (точная навеска) субстанции растворяют в 200 мл воды, прибавляют 2 мл серной кислоты концентрированной и 25,0 мл 0,1 М раствора церия(IV) сульфата, перемешивают, нагревают на водяной бане при температуре 50–60 °С в течение 30 мин, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 25 мл калия йодида раствора 10 % , выдерживают в темноте в течение 30 мин и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата (индикатор – 1 мл крахмала раствора 1 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора церия(IV) сульфата соответствует 3,136 мг 1,2,3,4-тетраоксонафталина $C_{10}H_4O_4$.

Хранение. При температуре не выше 7 °С.