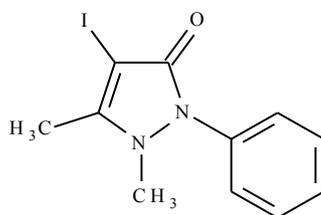


ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Йодофеназон	ФС.2.1.0235.22
Йодофеназон	
Iodophenazonum	Взамен ВФС 42-2776-96

4-Иод-1,5-диметил-2-фенил-1,2-дигидро-3H-пиразол-3-он



$C_{11}H_{11}IN_2O$

М.м. 314,12

Содержит не менее 99,0 % и не более 100,5 % йодофеназона $C_{11}H_{11}IN_2O$ в пересчёте на сухое вещество.

Описание. Белый кристаллический порошок.

Растворимость. Легко растворим в хлороформе, умеренно растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в воде.

Подлинность

1. *ИК-спектроскопия* (ОФС «Спектроскопия 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 йодофеназона.

2. *Спектрофотометрия* (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»). В мерную колбу вместимостью 250 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 10 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки. Спектр поглощения полученного раствора в области длин волн от 230 до 320 нм должен иметь максимум при 266 нм.

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

Температура плавления. Температура плавления. От 160 до 165 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1, без предварительного подсушивания).

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

Пластинка. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F₂₅₄.

Подвижная фаза (ПФ). Спирт 96%—ацетон—хлороформ 4:10:60.

Испытуемый раствор. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,75 г субстанции и растворяют в хлороформе и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

Раствор стандартного образца антипирина. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 25 мг стандартного образца антипирина, растворяют в 40 мл хлороформа и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 3,0 мл полученного раствора, растворяют в хлороформе и доводят объём раствора тем же раствором до метки

Примечание

Антипирин (феназон): 1,5-диметил-2-фенил-1,2-дигидро-3*H*-пиразол-3-он, CAS 60-80-0.

На линию старта пластинки наносят по 10 мкл испытуемого раствора (750 мкг) и раствора стандартного образца антипирина (0,075 мкг).

Пластинку с нанесёнными пробами высушивают на воздухе в течение 2 мин, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80–90 % длины пластинки от линии старта,

её вынимают из камеры, сушат на воздухе и просматривают в УФ-свете при 254 нм.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора стандартного образца антипирина чётко видна зона адсорбции.

На хроматограмме испытуемого раствора допускается наличие одной дополнительной зоны адсорбции на уровне зоны адсорбции раствора стандартного образца антипирина, не превышающей его по интенсивности окраски и величине (не более 0,01 %).

Потеря в массе при высушивании. Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1 г (точная навеска) субстанции.

Йод. К 0,5 г прибавляют 5 мл воды, встряхивают в течение 5 мин и фильтруют. К фильтрату прибавляют 1 мл хлороформа и встряхивают; хлороформный слой не должен окрашиваться в розовый цвет.

Хлориды. Не более 0,01 % (ОФС «Хлориды»). В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 1,0 г субстанции, встряхивают в течение 5 мин с 5 мл горячей воды, доводят объём раствора водой до метки и фильтруют.

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 1,0 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 0,2 г (точная навеска) субстанции растворяют в 2 мл хлороформа, прибавляют 20 мл пропионового ангидрида и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты до перехода окраски в зеленовато-жёлтую (индикатор – 3 капли кристаллического фиолетового раствора 0,1 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 31,41 мг йодофеназона $C_{11}H_{11}IN_2O$.

Хранение. В защищённом от света месте.