**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Оксиэтиламмония метилфеноксиацетат** |  | **ФС.2.1.0535** |
| **Оксиэтиламмония метилфеноксиацетат** |  |  |
| **Oxyaethylammonii methylphenoxyacetas** |  | **Взамен ФС 42-3848-99** |

|  |
| --- |
|  |

|  |
| --- |
|  |
| C9H10O3·C6H15NO3 | М.м. 315,36 |
| [55543-68-5] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

(2-Метилфенокси)уксусная кислота—2,2',2''-нитрилотриэтанол (1/1).

Cодержит не менее 99,0 % и не более 101,0 % оксиэтиламмония метилфеноксиацетата C9H10O3·C6H15NO3 в пересчёте на безводное и свободное от остаточных органических растворителей вещество.

СВОЙСТВА

**Описание**. Белый или белый с желтоватым или коричневатым оттенком кристаллический порошок, со слабым характерным запахом. \*Гигроскопичен.

**Растворимость**. Очень легко растворим в воде, легко растворим в спирте 96 %, мало растворим в хлороформе.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*1.* *ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»). Инфракрасный спектр субстанции в области от 4000 до 400 см–1, снятый в диске с калия бромидом, по положению полос поглощения должен соответствовать спектру фармакопейного стандартного образца оксиэтиламмония метилфеноксиацетата.

*2.* *Спектрофотометрия* (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 0,25 г фармакопейного стандартного образца оксиэтиламмония метилфеноксиацетата, растворяют в воде и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

Спектр поглощения испытуемого раствора и раствора стандартного образца в области от 230 до 300 нм должны иметь максимумы при 270 нм, 276 нм и минимумы при 242 нм, 274 нм.

*3. Качественная реакция.* Растворяют 50 мг субстанции в 1 мл натрия гидроксида раствора 10 %, прибавляют 0,1 мл калия тетрайодомеркурата щелочного раствора и нагревают; должен выпасть осадок серого цвета.

ИСПЫТАНИЯ

**Температура плавления.** От 80,5 до 84,5 °C (ОФС «Температура плавления», метод 1). Субстанции высушивают в вакууме до постоянной массы при температуре 40 °С и остаточном давлении 100 мм рт.ст.

**pH раствора.** От 5,0 до 7,0 (10,0 % раствор в воде, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Родственные примеси**. Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»).

Все растворы используют свежеприготовленными.

*Трифторуксусной кислоты раствор.* В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 600 мл воды, прибавляют 0,8 мл трифторуксусной кислоты и доводят объём раствора водой до метки.

*Подвижная фаза (ПФ).* Метанол—ацетонитрил—раствор трифторуксусной кислоты 130:270:600.

*Растворитель.* Ацетонитрил—вода 30:70.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 30 мг субстанции, растворяют в растворителе, доводят объём раствора растворителем до метки и фильтруют.

*Раствор сравнения.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 мл полученного раствора и доводят объём раствора растворителем до метки.

*Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы.* В пробирку помещают 5 мг субстанции, растворяют в 0,2 мл водорода пероксида раствора разведённого, выдерживают на водяной бане при температуре 90 °С в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры. К полученному раствору прибавляют 10 мл растворителя и фильтруют.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 250 × 4,6 мм, силикагель фенилгексилсилильныйдля хроматографии, 5 мкм; |
| Температура колонки | 40 °С; |
| Скорость потока | 1,5 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 270 нм; |
| Объём пробы | 10 мкл; |
| Время хроматографирования | 20 мин. |

Хроматографируют раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы, раствор сравнения и испытуемый раствор. *Пригодность хроматографической системы*. На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы *разрешение (RS)* между пиками оксиэтиламмония метилфеноксиацетата и пиком ближайшей примеси с площадью пика более 0,1 % пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должно быть не менее 2,0.

На хроматограмме раствора сравнения:

- *отношение сигнал/шум (S/N)* для пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должно быть не менее 10;

- *фактор асимметрии* *пика* (*AS*) оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должен быть не менее 0,8 и не более 2,0;

- *относительное стандартное отклонение* площади пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должно быть не более 2 % (6 введений).

На хроматограмме испытуемого раствора:

- *фактор асимметрии* *пика* (*AS*) оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должен быть не менее 0,8 и не более 2,0;

- *относительное стандартное отклонение* площади пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата должно быть не более 2 % (6 введений).

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора:

- площадь пика любой примеси не должна превышать трёхкратную площадь пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,15 %);

- сумма площадей пиков всех примесей не должна превышать десятикратную площадь пика оксиэтиламмония метилфеноксиацетата на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %).

Не учитывают пики, площадь которых менее площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,05 %).

**Вода.** Не более 0,5 % (ОФС «Определение воды», метод 1). Для определения используют 2,5 г (точная навеска) субстанции.

**Хлориды.** Не более 0,03 % (ОФС «Хлориды»). Растворяют 0,2 г субстанции в 30 мл воды, прибавляют 0,5 мл азотной кислоты, перемешивают и фильтруют. Для определения используют 10 мл фильтрата.

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

**Тяжёлые металлы.** Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы» (метод 3А или 3Б), в зольном остатке, полученном в испытании «Сульфатная зола», с использованием эталонного раствора 1.

**Остаточные органические растворители.** В соответствии с ОФС «Остаточные органические растворители».

**Микробиологическая чистота**.В соответствии сОФС «Микробиологическая чистота».

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом титриметрии (ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).

Растворяют 0,25 г (точная навеска) субстанции в 10 мл уксусной кислоты ледяной, прибавляют 10 мл ацетона и титруют 0,1 Мрастворомхлорной кислоты до перехода окраски в малиновую (индикатор – 2 капли тропеолина 00 раствора 0,2 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 31,54 мг оксиэтиламмония метилфеноксиацетата C9H10O3·C6H15NO3.

ХРАНЕНИЕ

В плотно укупоренной упаковке, в сухом месте.

\*Приводится для информации.