

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

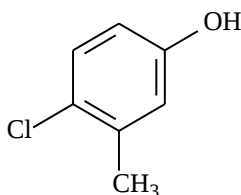
ФС.0.0.0000

Вводится впервые

ХЛОРОКРЕЗОЛ

Chlorocresolum

Chlorocresol



C_7H_7ClO
[59-50-7]

M_r 142,6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

4-Хлор-3-метилфенол.

Содержание: от 98,0 % до 101,0 %.

СВОЙСТВА

Описание: белый или почти белый, кристаллический порошок или плотная кристаллическая масса в виде гранул, либо бесцветных или белых кристаллов.

Растворимость: мало растворима в воде, очень легко растворима в этаноле (96 %), легко растворима в жирных маслах. Растворяется в растворах гидроксидов щелочных металлов.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

А. **Температура плавления** (ОФС «Температура плавления – капиллярный метод»). От 64°C до 67°C.

Б. К 0,1 г испытуемого образца прибавляют 0,2 мл бензоилхлорида *Р* и 0,5 мл натрия гидроксида раствора разбавленного *Р* и энергично встряхивают до образования кристаллического осадка белого цвета. Прибавляют 5 мл воды *Р* и фильтруют. Перекристаллизованный из 5 мл метанола *Р* осадок сушат при

температуре 70 °С. Температура плавления полученных кристаллов (ОФС «Температура плавления – капиллярный метод») от 85 °С до 88 °С.

В. К 5 мл раствора S (см. раздел *Испытания*) прибавляют 0,1 мл *железа(III) хлорида раствора Р1*, должно появиться голубоватое окрашивание.

ИСПЫТАНИЯ

Раствор S. К 3,0 г мелкоизмельченного испытуемого образца прибавляют 60 мл *воды, свободной от углерода диоксида, Р*, встряхивают в течение 2 минут и фильтруют.

Прозрачность раствора (ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»). Раствор должен быть прозрачным.

Растворяют 1,25 г испытуемого образца в *этаноле (96 %) Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 25 мл.

Цветность раствора (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод II).

Окраска раствора, полученного в испытании «Прозрачность раствора» не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения ВУ₆.

Кислотность. К 10 мл раствора S прибавляют 0,1 мл *метилового красного раствора Р*, раствор окрашивается в оранжевый или красный цвет. Чистое жёлтое окрашивание раствора должно появиться при прибавлении не более 0,2 мл 0,01 М раствора натрия гидроксида.

Родственные примеси. Газовая хроматография с использованием метода нормализации (ОФС «Газовая хроматография»).

Испытуемый раствор. 1,0 г испытуемого образца растворяют в *ацетоне Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 100 мл.

Раствор сравнения. 1,0 мл испытуемого раствора доводят *ацетоном Р* до объёма 100,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят *ацетоном Р* до объёма 100,0 мл.

Условия хроматографирования:

– *колонка:* из стекла длиной 1,80 м и внутренним диаметром 3-4 мм,

заполненная диатомитом силанизированным для газовой хроматографии *P*
пропитанная от 3 % до 5 % (м/м) фенил(50)метил(50)полисилоксаном *P*.

- газ-носитель: азот для хроматографии *P*;
- скорость потока: 30 мл/мин;
- температура:
- колонки: 125 °С;
- блока ввода проб: 210 °С;
- детектора: 230 °С;
- детектор: пламенно-ионизационный;
- время хроматографирования: должно в 3 раза превышать время удерживания хлорокрезола.

Время удерживания хлорокрезола около 8 минут.

Пределы содержания примесей:

- неспецифицированные примеси: не более 0,10 % каждой примеси;
- сумма примесей: не более 1 %;
- неучитываемый предел: площадь основного пика на хроматограмме полученной с использованием раствора сравнения (0,05 %).

Нелетучие вещества. Не более 0,1 %. На водяной бане выпаривают досуха 2,0 г испытуемого образца и сушат при температуре от 100 °С до 105 °С до постоянной массы; остаток не должен превышать 2 мг.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В колбе с притёртой стеклянной пробкой растворяют 70,0 мг испытуемого образца в 30 мл уксусной кислоты ледяной *P*. Прибавляют 25,0 мл 0,0167 *M* раствора калия бромата, 20 мл раствора 150 г/л калия бромида *P* и 10 мл хлороводородной кислоты *P*, выдерживают в защищённом от света месте в течение 15 минут. К полученному раствору прибавляют 1 г калия йодида *P* и 100 мл воды *P* и титруют, энергично встряхивая, 0,1 *M* раствором натрия тиосульфата, используя 1 мл раствора крахмала *P* в качестве индикатора, добавляемого в конце титрования.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл раствора $0,0167\text{ M}$ раствора калия бромата соответствует 3,565 мг $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClO}$.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.

ПРОЕКТ