ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

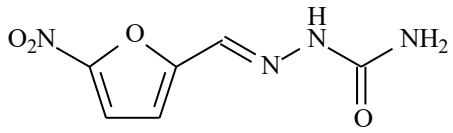
ФС.0.0.000000

Взамен ФС.2.1.0148.18

НИТРОФУРАЛ

Nitrofuralum

Nitrofural



$C_6H_6N_4O_4$ M_r 198,1
[59-87-0]

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

2-[(5-Нитрофуран-2-ил)метилен]диазанкарбоксамид.

Содержание: от 97,0 % до 103,0 % в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

***Описание*:** жёлтый или коричневато-жёлтый кристаллический порошок.

***Растворимость*:** очень мало растворима в воде, мало растворима в этаноле (96 %).

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Первая идентификация: Б.

Вторая идентификация: А, В, Г.

А. **Спектрофотометрия** (*ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»*). *Испытание проводят в защищённом от света месте*.

Испытуемый раствор. (см. раздел *Количественное определение*).

Спектральный диапазон: 220–400 нм.

Максимум поглощения: 260 нм и 375 нм.

ПРОЕКТ

Отношение оптических плотностей: A_{375}/A_{260} = от 1,15 до 1,30.

Б. **ИК-спектрометрия** (*ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»*).

Образец сравнения: фармакопейный стандартный образец *нитрофурала.*

В. **Тонкослойная хроматография** (*ОФС «Тонкослойная хроматография»*).

Испытуемый раствор. 10 мг испытуемого образца растворяют в *метаноле Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Раствор сравнения. 10 мг фармакопейного стандартного образца *нитрофурала* растворяют в *метаноле Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 10 мл.

Условия хроматографирования:

– ТСХ пластинка со слоем силикагеля G Р;

– подвижная фаза: метанол Р–нитрометан Р (10:90 *об/об*);

– объём наносимый пробы: 5 мкл;

– пробег фронта подвижной фазы: более 3/4 пластины;

– высушивание: на воздухе;

– детектирование: опрыскивают *фенилгидразина гидрохлорида раствором Р*.

Требование: на хроматограмме испытуемого раствора должна обнаруживаться основная зона адсорбции на уровне основной зоны адсорбции на хроматограмме раствора сравнения, соответствующая её величине и окраске.

Г. Растворяют около 1 мг испытуемого образца в 1 мл *диметилформамида Р* и прибавляют 0,1 мл *калия гидроксида раствора спиртового Р*; должна появиться фиолетово-красная окраска.

ИСПЫТАНИЯ

pH раствора (*ОФС «Потенциометрическое определение pH»*). От 5,0 до 7,5.

ПРОЕКТ

1,0 г испытуемого образца встряхивают с 100 мл *воды, свободной от углерода диоксида*, *Р* в течение 15 мин и фильтруют.

Родственные примеси. Жидкостная хроматография (*ОФС* «*Жидкостная хроматография*»).

Испытуемый раствор. 0,100 г испытуемого образца растворяют в подвижной фазе и доводят объём раствора тем же растворителем до 100,0 мл.

Раствор сравнения (а). 10,0 мг фармакопейного стандартного образца *нитрофурала примеси В* растворяют в подвижной фазе и доводят объём раствора тем же растворителем до 20,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят подвижной фазой до объёма 100,0 мл.

Раствор сравнения (б). 10 мг испытуемого образца и 10 мг *нитрофурантоина Р* растворяют в подвижной фазе и доводят объём раствора тем же растворителем до 100 мл. 5 мл полученного раствора доводят подвижной фазой до объёма 100 мл.

Раствор сравнения (в). Содержимое флакона фармакопейного стандартного образца *нитрофурала для идентификации примеси А* (содержащего примесь А) растворяют с применением ультразвука в 1 мл подвижной фазы.

Условия хроматографирования:

– *колонка*: длиной 0,25 м и внутренним диаметром 4,6 мм; заполненная *силикагелем для хроматографии, октадецилсилильным* с размером частиц 5 мкм;

– *подвижная фаза*: *ацетонитрил Р – вода для хроматографии Р* (40:60 *об/об);*

– *скорость потока*: 1 мл/мин;

– *детектор*: спектрофотометрический, длина волны 310 нм;

– *объём вводимой пробы*: 20 мкл;

– *время хроматографирования:* должно в 10 раз превышать время удерживания нитрофурала.

ПРОЕКТ

Идентификация пиков примесей: используют хроматограмму для идентификации пика, обусловленного примесью B, раствора сравнения (а); хроматограмму, прилагаемую к фармакопейному стандартному образцу *нитрофурала для идентификации примеси А* и хроматограмму раствора сравнения (в) для идентификации пиков примеси А.

Относительное удерживание по нитрофуралу (время удерживания – около 4 мин): нитрофурантоин – около 1,2; примесь B – около 4,0; примесь А – около 7,6.

Пригодность хроматографической системы (раствор сравнения (б)):

– *разрешение*: не менее 2,0 между пиками нитрофурала и нитрофурантоина.

Пределы содержания примесей:

– *примеси А, В*: для каждой примеси не более площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (а) (0,5 %);

– *неспецифицированные примеси*: для каждой примеси не более 0,2 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (а) (0,10 %);

– *сумма примесей:* не более 2 площадей основного пика на хроматограмме раствора сравнения (а) (1,0 %);

– *неучитываемый предел*: 0,1 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (а) (0,05 %).

Потеря в массе при высушивании (*ОФС «Потеря в массе при высушивании»*). Не более 0,5 %.

1,000 г испытуемого образца высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

Сульфатная зола (*ОФС «Сульфатная зола»*). Не более 0,1 %.

Определение проводят с использованием 1,0 г испытуемого образца.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Испытания проводят в защищённом от света месте.

Спектрофотометрия (*ОФС «Спектрофотометрия в*

ПРОЕКТ

ультрафиолетовой и видимой областях»).

Испытуемый раствор. 60,0 мг испытуемого образца растворяют в 20 мл *диметилформамида Р* и доводят объём раствора *водой Р* до 500,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят *водой Р* до объёма 100,0 мл.

Раствор сравнения. 60,0 мг фармакопейного стандартного образца *нитрофурала* растворяют в 20 мл *диметилформамида Р* и доводят объём раствора *водой Р* до 500,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят *водой Р* до объёма 100,0 мл.

Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора и раствора сравнения в максимуме поглощения при длине волны 375 нм.

Содержание $C_6H_6N_4O_4$ рассчитывают, используя полученные значения оптических плотностей и концентраций растворов.

ХРАНЕНИЕ

В защищённом от света месте.

ПРИМЕСИ

Специфицированные примеси: A, B.

A. 1,2-бис[(5-нитрофуран-2-ил)метилиден]диазан,

B. (5-нитрофуран-2-ил)метилендиацетат.

ПРОЕКТ