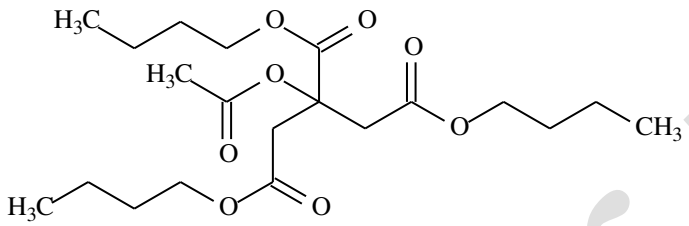
ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ФС.0.0.0000

ТРИБУТИЛАЦЕТИЛЦИТРАТ

Tributylis acetylcitras

Tributyl acetylcitrate



$C_{20}H_{34}O_8$ M_r 402,5
[77-90-7]

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Трибутил 2-(ацетилокси)пропан-1,2,3-трикарбоксилат.

Содержание: от 99,0 % до 101,0 % в пересчёте на безводное вещество.

СВОЙСТВА

***Описание*:** прозрачная маслянистая жидкость.

***Растворимость*:** не смешивается с водой, смешивается с этанолом (96%) и метиленхлоридом.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

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

Испытуемый образец: плёнка из трибутилацетилцитрата между двумя пластинами из натрия хлорида.

Образец сравнения: фармакопейный стандартный образец *трибутилацетилцитрата.*

ПРОЕКТ

ИСПЫТАНИЯ

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

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

Окраска испытуемого образца не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения BY_6.

Кислотность. 10 г испытуемого образца растворяют в 10 мл предварительно нейтрализованного *этанола (96 %) Р* и прибавляют 0,5 мл *бромтимолового синего раствора Р 2*. Окраска индикатора должна изменяться на синий при прибавлении не более 0,3 мл *0,1 М раствора натрия гидроксида*.

Показатель преломления (*ОФС «Показатель преломления (индекс рефракции)»*). От 1,442 до 1,445.

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

Испытуемый раствор. 0,5 г испытуемого образца доводят *метиленхлоридом Р* до объёма 20 мл.

Раствор сравнения (а). 50 мг испытуемого образца и 50 мг *трибутилцитрата Р* (примесь А) растворяют в *метиленхлориде Р* и доводят объём раствора тем же растворителем до 20 мл.

Раствор сравнения (б). 1,0 мл испытуемого раствора доводят *метиленхлоридом Р* до 20,0 мл. 1,0 мл полученного раствора доводят тем же растворителем до 25,0 мл.

Раствор сравнения (в). Содержимое флакона с фармакопейным стандартным образцом *трибутилацетилцитрата для идентификации пиков (содержащим примеси B и C)* растворяют в 1 мл *метиленхлорида Р*.

Условия хроматографирования:

– *колонка:* длиной 30 м и внутренним диаметром 0,25 мм, покрытая слоем *цианопропил(25)фенил(25)метил(50)полисилоксана Р* толщиной

ПРОЕКТ

0,25 мкм;

– *газ-носитель*: *гелий для хроматографии Р*;

– *линейная скорость*: 36 см/с;

– *деление потока*: 1:20;

– *температура:*

	Время (мин)	**Температура (°С)**
Колонка	0–7 7–50	70→210 210
Инжектор		250
Детектор		250

– *детектор:* пламенно-ионизационный;

– *объём вводимой пробы*: 1 мкл; образец вводят через инертный инъекционный порт с внутренним покрытием из стекла, с помощью автоматического инъекционного устройства для ввода проб.

Идентификация пиков примесей: используют хроматограмму, прилагаемую к фармакопейному стандартному образцу *трибутилацетилцитрата для идентификации пиков* и хроматограмму раствора сравнения (в) для идентификации пиков примесей B и C и хроматограмму раствора сравнения (а) для идентификации пика A.

Относительное удерживание по трибутилацетилцитрату (время удерживания – около 24 мин): примесь B – около 0,7; примесь C – около 0,83; примесь A – около 0,87.

Пригодность хроматографической системы:

– *разрешение*: не менее 2,0 между пиками примеси A и трибутилацетилцитрата на хроматограмме раствора сравнения (а);

– *повторяемость:* относительное стандартное отклонение не более 5,0 %, для 6 повторных вводов раствора сравнения (б).

Пределы содержания примесей:

– примесь *A*: не более чем 3-кратная площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,6 %);

ПРОЕКТ

– *примесь B*: не более чем площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,2 %);

– *примесь C*: не более чем 2-кратная площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,4 %);

– *неспецифицированные примеси*: для каждой примеси не более чем 0,5 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,10 %);

– *сумма примесей*: не более чем 5-кратная площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (1,0 %);

– *неучитываемый предел*: не более чем 0,25 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (б) (0,05 %);

Вода (*ОФС «Полумикроопределение воды»*). Не более 0,25 %. Определение проводят с использованием 2,00 г испытуемого образца.

Сульфатная зола (*ОФС «Сульфатная зола»*). Не более 0,1 %. Определение проводят с использованием 1,0 г испытуемого образца.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

1,500 г испытуемого образца помещают в колбу из боросиликатного стекла, вместимостью 250 мл, прибавляют 25 мл *2-пропанола Р,* 50 мл *воды Р*, 25,0 мл *1 М раствора натрия гидроксида* и несколько стеклянных шариков. Нагревают с обратным холодильником в течение трёх часов. Раствор охлаждают и титруют *1 М раствором хлороводородной кислоты*, в присутствии 1 мл *фенолфталеина раствора Р1* в качестве индикатора.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл *1 М раствора натрия гидроксида* соответствует 100,6 мг $C_{20}H_{34}O_8$.

ПРИМЕСИ

Специфицированные примеси: A, B, C.

A. трибутил 2-гидроксипропан-1,2,3-трикарбоксилат (трибутилцитрат),

B. трибутил пропен-1,2,3-трикарбоксилат (трибутилаконитат),

C. 1,2-дибутил 3-(2-метилпропил)-2-(ацетилокси)пропан-1,2,3-трикарбоксилата.

ПРОЕКТ

Другие обнаруживаемые примеси (могут быть обнаружены в одном или нескольких испытаниях, указанных в фармакопейной статье; содержание таких примесей ограничено пределом, установленным для неспецифицированных примесей, поэтому их идентификация не требуется): *D, E*.

D. бутан-1-ол,

E. бутилацетат.

ПРОЕКТ