

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Бензилникотинат

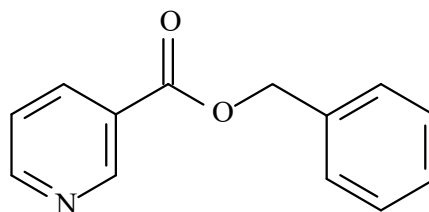
ФС.2.1.0007.15

Бензилникотинат

Benzylis nicotinas

Взамен ФС 42-2160-84

Бензил(пиридин-3-карбоксилат)



$C_{13}H_{11}NO_2$

М. м. 213,23

Содержит не менее 97,0 % бензилникотината $C_{13}H_{11}NO_2$.

Описание. Маслянистая жидкость от желтоватого до желтовато-коричневого или слабо красноватого цвета с характерным запахом. Может кристаллизоваться при температуре ниже 24 °С.

Растворимость. Практически нерастворим в воде, смешивается со спиртом 96 % и хлороформом.

Подлинность

1. *ИК-спектр.* Инфракрасный спектр пленки субстанции, снятый между пластинками калия бромида в области частот от 4000 до 400 cm^{-1} , по положению полос поглощения должен соответствовать рисунку спектра стандартного образца бензилникотината (Приложение).

2. *Качественная реакция.* К 1 капле субстанции прибавляют 0,5 г натрия карбоната безводного и нагревают на пламени горелки; образуется бензальдегид, обнаруживаемый по характерному запаху.

3. *Качественная реакция.* 0,6 г субстанции растворяют в 5 мл спирта 96 %, прибавляют 1 мл 10 % раствора натрия гидроксида и кипятят в течение 3 мин. Охлажденный раствор нейтрализуют 1 М раствором уксусной кислоты по фенолфталеину, затем прибавляют 0,5 мл 10 % раствора меди(II) сульфата; должен образоваться синий осадок.

Показатель преломления. От 1,569 до 1,571 (ОФС «Рефрактометрия»).

Никотиновая кислота. Не более 1,7%.

Около 0,6 г субстанции (точная навеска) растворяют в 5 мл предварительно нейтрализованного по фенолфталеину спирта 96 % и титруют с тем же индикатором 0,01 М раствором натрия гидроксида до розового окрашивания.

1 мл 0,01 М раствора натрия гидроксида соответствует 1,231 мг бензилникотината $C_6H_5NO_2$.

Родственные примеси. Определение проводят методом газовой хроматографии (ГХ).

Раствор для проверки пригодности хроматографической системы. 25 мг стандартного образца метилникотината растворяют в 2,5 мл субстанции.

Хроматографические условия

Колонка капиллярная, 25 м × 0,32 мм, полидиметилсилоксан, 1,5 мкм;

Газ-носитель азот, 4 мл/мин;

Температура колонки

Время, мин	Температура, °С
0	180
0 – 5	180 → 240
5 – 10	240

Детектор пламенно-ионизационный;

Температура испарителя 230 °С;

Температура детектора 250 °С;

Объём пробы 0,8 мкл.

Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы. Разрешение (R) между пиками метилникотината и бензилникотината должно составлять не менее 5,0.

Хроматографируют субстанцию в течение времени, в 2 раза превышающего время удерживания основного пика.

На хроматограмме испытуемого раствора площадь пика любой примеси должна быть не более 0,5 % от суммарной площади пиков (не более 0,5 %); суммарная площадь пиков примесей должна быть не более 1,0 % от суммарной площади пиков (не более 1,0 %). Не учитывают пики, площадь которых менее 0,05 % площади основного пика.

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

Тяжелые металлы. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с требованиями ОФС «Тяжёлые металлы» в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции (ОФС «Сульфатная зола»).

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

Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».

Количественное определение. Около 0,2 г (точная навеска) субстанции растворяют в 20 мл уксусной кислоты ледяной и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты до появления зеленого окрашивания (индикатор – 0,4 мл 0,1 % раствора кристаллического фиолетового) или потенциометрически.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 21,32 мг бензилникотината $C_{13}H_{11}NO_2$.

Хранение. В защищенном от света месте.

Примечание. При работе с бензилникотинатом следует принимать меры, предохраняющие от его попадания на кожу и слизистые оболочки; работу производить в резиновых перчатках в вытяжном шкафу.