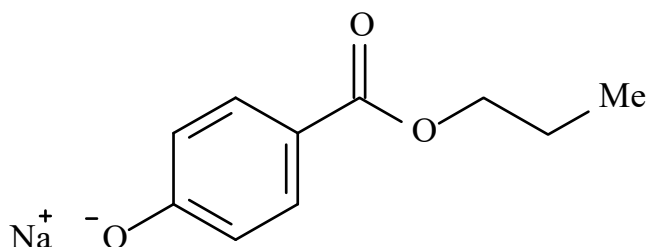


ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

|                                      |                      |
|--------------------------------------|----------------------|
| Натрия пропилпарагидроксибензоат     | ФС.2.1.0028.15       |
| Натрия пропилпарагидроксибензоат     |                      |
| Propylis parahydroxybenzoas natricus | Взамен ФС 42-0201-07 |

4-(Пропилоксикарбонил)фенолят натрия



$C_{10}H_{11}NaO_3$

М.м. 202,18

Содержит не менее 99,0 % и не более 104,0 % натрия пропилпарагидроксибензоата  $C_{10}H_{11}NaO_3$  в пересчете на безводное вещество.

**Описание.** Белый или почти белый кристаллический порошок; гигроскопичен.

**Растворимость.** Легко растворим в воде, умеренно растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в метиленхлориде.

**Подлинность**

1. *ИК-спектр.* 0,5 г субстанции растворяют в 50 мл воды, прибавляют 5 мл хлористоводородной кислоты 25 %, фильтруют, промывают осадок на фильтре водой и высушивают под вакуумом при температуре 80 °С в течение 2 ч. Инфракрасный спектр полученного осадка, снятый в диске с калия бромидом, в области частот от 4000 до 400  $см^{-1}$  по положению полос поглощения

должен соответствовать спектру стандартного образца пропилпарагидроксибензоата.

### *2. Тонкослойная хроматография*

Основное пятно на хроматограмме испытуемого раствора *Б*, полученной при определении родственных примесей, по положению, интенсивности поглощения и величине должно соответствовать основному пятну на хроматограмме раствора сравнения *Б* пропилпарагидроксибензоата.

*3. Качественная реакция.* 5,0 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в свежeproкипяченной охлажденной воде, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают (раствор *А*).

К 1 мл раствора *А* прибавляют 1 мл воды, полученный раствор даёт характерную реакцию *А* на натрий (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Прозрачность раствора.** Раствор *А*, полученный в испытании «Подлинность», должен быть прозрачным.

**Цветность раствора.** Окраска раствора *А*, полученного в испытании «Подлинность», не должна превышать эталон ВУ<sub>6</sub> (ОФС «Степень окраски жидкостей»).

**рН.** От 9,5 до 10,5 (0,1 % раствор, ОФС «Ионометрия», метод 3).

### **Родственные примеси. Тонкослойная хроматография (ТСХ)**

*Испытуемый раствор А.* 0,1 г субстанции растворяют в 10 мл воды, прибавляют 2 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и встряхивают с 50 мл эфира. Выпаривают эфирный слой досуха и остаток растворяют в 10 мл ацетона.

*Испытуемый раствор Б.* 1,0 мл испытуемого раствора *А* переносят в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят объём раствора ацетоном до метки и перемешивают.

*Раствор сравнения А.* 0,5 мл испытуемого раствора *А* переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объём раствора ацетоном до метки и перемешивают.

*Раствор сравнения Б.* 0,01 г стандартного образца пропилпарагидроксибензоата помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят объем раствора ацетоном до метки и перемешивают.

*Раствор сравнения В.* 0,01 г стандартного образца этилпарагидроксибензоата помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, прибавляют 1,0 мл испытуемого раствора *А*, доводят объем раствора ацетоном до метки и перемешивают.

*Раствор сравнения Г.* 0,035 г 4-гидроксибензойной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ацетоне, доводят объем раствора ацетоном до метки и перемешивают.

На линию старта хроматографической пластинки со слоем силикагеля КС 18 F<sub>254</sub> или аналогичной наносят по 5 мкл испытуемого раствора *А* (50 мкг), испытуемого раствора *Б* (5 мкг) и растворов сравнения *А* (0,25 мкг), *Б* (5 мкг стандартного образца пропилпарагидроксибензоата), *В* (по 5 мкг пропилпарагидроксибензоата и стандартного образца этилпарагидроксибензоата) и *Г* (1,75 мкг 4-гидроксибензойной кислоты).

Пластинку сушат на воздухе в течение 5 мин, помещают в камеру со смесью растворителей уксусная кислота ледяная – вода – метанол (1:30:70) и хроматографируют восходящим методом. Когда фронт растворителей пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

На хроматограмме испытуемого раствора *А* допускается наличие пятна, расположенного на уровне пятна на хроматограмме раствора сравнения *Г*, не превышающего его по величине и интенсивности поглощения (не более 3,5 % 4-гидроксибензойной кислоты). Любое дополнительное пятно на хроматограмме испытуемого раствора *А* по величине и интенсивности поглощения не должно превышать пятно на хроматограмме раствора сравнения *А* (не более 0,5 %).

Пятно на линии старта не учитывают.

Результаты анализа считаются достоверными, если на хроматограмме раствора сравнения *B* четко обнаруживаются 2 пятна.

**Хлориды.** Не более 0,035 % (ОФС «Хлориды»). Для определения используют эталонный раствор, содержащий 7 мл стандартного раствора хлорид-иона (2 мкг/мл) и 3 мл воды. 10 мл раствора *A*, полученного в испытании «Подлинность», помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 30 мл воды, 1 мл азотной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют. К 2 мл фильтрата прибавляют 8 мл воды.

**Сульфаты.** Не более 0,03 % (ОФС «Сульфаты», метод 2). 25 мл раствора *A*, полученного в испытании на «Подлинность», помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 5 мл воды, 10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и фильтруют. К 10 мл фильтрата прибавляют 5 мл воды.

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

**Тяжёлые металлы.** Не более 0,001 % (ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2).

1,0 г субстанции помещают в тигель, прибавляют 2 мл 25 % раствора магния сульфата в серной кислоте разведённой 9,8 %, перемешивают с помощью тонкой стеклянной палочки, осторожно нагревают до получения сухого остатка и прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 800 °С до тех пор, пока цвет остатка не станет белым или слегка сероватым. К остатку прибавляют 0,2 мл серной кислоты разведённой 9,8 %, выпаривают и снова прокаливают. Общая продолжительность прокаливания не должна превышать 2 ч. Остаток после прокаливания растворяют в 2 порциях по 2,5 мл хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %, прибавляют 0,1 мл 1 % раствора фенолфталеина и аммиак водный по каплям до появления розового окрашивания. После охлаждения прибавляют уксусную кислоту ледяную до

обесцвечивания раствора и еще 0,25 мл. При необходимости раствор фильтруют, доводят объем раствора водой до 10 мл и перемешивают.

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

**Количественное определение.** Около 0,15 г (точная навеска) субстанции растворяют в 50 мл уксусной кислоты ледяной. Полученный раствор титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты. Конечную точку титрования определяют потенциометрически.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 20,22 мг натрия пропилпарагидроксибензоата  $C_{10}H_{11}NaO_3$ .

**Хранение.** В плотно укупоренной упаковке, в защищенном от света месте.