

ФС.2.1.0681. Фармакопейная статья.

Резорцин

Министерство здравоохранения Российской Федерации · № ФС.2.1.0681 ● Действующий акт

(утв. и введена в действие Приказом Минздрава России от 13.03.2024 № 120)
(«Государственная фармакопея Российской Федерации. XV издание»)

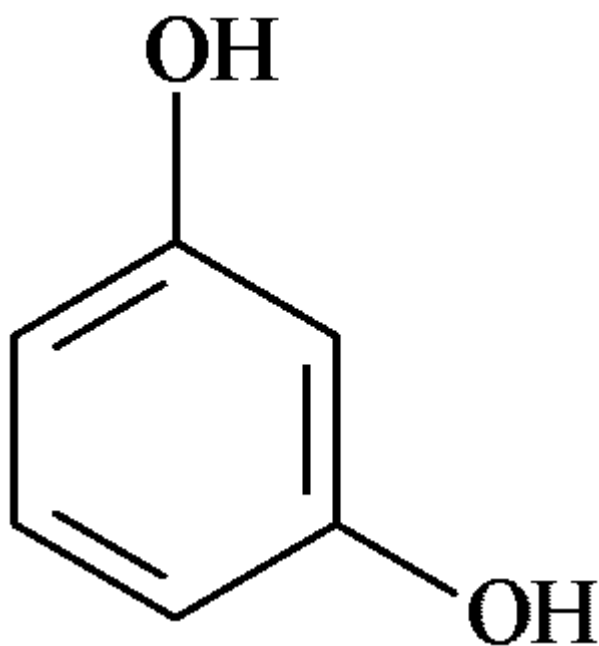
Примечание

Текст документа приведен в соответствии с публикацией на сайте <https://minzdrav.gov.ru/ru> по состоянию на 15.03.2024. В соответствии с Приказом Минздрава России от 13.03.2024 № 120 данный документ введен в действие с 13.03.2024. Взамен ФС 42-3267-96.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Резорцин	ФС.2.1.0681
Резорцин	
Resorcinolum	Взамен ФС 42-3267-96



C₆H₆O₂
[108-46-3]

М.м. 110,11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Бензол-1,3-диол.

Содержит не менее 98,5% и не более 101,0% резорцина C₆H₆O₂ в пересчете на сухое вещество.

СВОЙСТВА

Описание. Белый или белый с желтоватым или розоватым оттенком кристаллический порошок или пластинки.

<*> Под действием света и воздуха постепенно окрашивается в розовый цвет.

<*> Приводится для информации.

Растворимость. Легко растворим в воде и спирте 96%, очень мало растворим в хлороформе.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

1. Спектрофотометрам (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»). Спектр поглощения 0,003% раствора субстанции в смеси

спирт 96% – вода 1:2 в области длин волн от 250 до 350 нм должен иметь максимум при 275 +/- 2 нм.

2. Качественная реакция. Растворяют 50 мг субстанции в 5 мл воды, прибавляют 0,1 мл железа(III) хлорида раствора 3%; должно появиться сине-фиолетовое окрашивание. После прибавления 0,1 мл аммиака раствора окраска должна измениться на буро-желтую.

3. Качественная реакция. Растворяют 0,1 г субстанции в 1 мл воды, прибавляют 1 мл раствора натрия гидроксида 10 М и 0,1 мл хлороформа, нагревают и охлаждают до комнатной температуры; должно появиться интенсивное темно-красное окрашивание. После прибавления небольшого избытка соляной кислоты окраска должна измениться на бледно-желтую.

4. Качественная реакция. Сплавляют 20 мг субстанции с 20 мг калия гидрофталата до образования сплава желто-красного цвета. Сплав охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 1 мл натрия гидроксида раствора 8,3% и 10 мл воды. Полученный раствор должен обладать интенсивной зеленой флуоресценцией.

ИСПЫТАНИЯ

Температура плавления. От 109 до 112 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1, без предварительного подсушивания).

Прозрачность раствора. Раствор 2,5 г субстанции в 25 мл воды должен быть прозрачным (ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»).

Цветность раствора. Раствор, полученный в испытании «Прозрачность раствора», должен выдерживать сравнение с эталоном В5 или R5, Y6 или Y5 (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

Кислотность или щелочность. К 10 мл раствора, полученного в испытании «Прозрачность раствора», прибавляют 1 каплю бромфенолового синего раствора 0,1%. Окраска раствора должна изменяться при прибавлении не более 0,05 мл 0,1 М натрия гидроксида раствора или 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты.

Родственные примеси. Определение проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

Пластинка. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F.

Подвижная фаза (ПФ). Этилацетат — гексан 40:60.

Испытуемый раствор. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 г субстанции, растворяют в метаноле и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

Раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 200 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора и доводят объем раствора метанолом до метки.

Раствор фенола. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,25 г фенола, растворяют в метаноле и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,5 г субстанции, растворяют в метаноле, прибавляют 1,0 мл раствора фенола и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 5,0 мл раствора сравнения и доводят объем раствора метанолом до метки.

На линию старта пластинки наносят по 2 мкл испытуемого раствора (100 мкг), раствора сравнения (0,5 мкг), раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы и раствора для проверки чувствительности хроматографической системы (0,25 мкг). Пластинку с нанесенными пробами сушат на воздухе в течение 15 мин, помещают в предварительно насыщенную в течение не менее 1 ч камеру с ПФ, и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80 — 90% длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры, сушат на воздухе в течение 15 мин, проявляют в парах йода и просматривают в видимом свете.

Пригодность хроматографической системы

На хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы должна обнаруживаться четкая зона адсорбции.

На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы должны обнаруживаться две разделенные зоны

адсорбции.

Допустимое содержание примесей. На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции любой примеси по совокупности величины и интенсивности окраски не должна превышать зону адсорбции резорцина на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5%).

Потеря в массе при высушивании. Не более 1,0% (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 2). Высушивают 1 г (точная навеска) субстанции в эксикаторе над силикагелем в течение 4 часов.

Фенол. При нагревании раствора 1 г субстанции в 2 мл воды при температуре 40 – 50 °С не должен ощущаться запах фенола.

Пирокатехин. Не более 0,1%.

Все растворы используют свежеприготовленными.

Испытуемый раствор. К 1 мл раствора, полученного в испытании «Прозрачность раствора», прибавляют 1 мл аммония молибдата раствора 2%.

Раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 0,5 г пирокатехина, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объем раствора водой до метки. К 1 мл полученного раствора прибавляют 1 мл аммония молибдата раствора 2%.

Окраска испытуемого раствора не должна превышать окраску раствора сравнения.

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

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

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

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом титриметрии (ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).

В мерную колбу вместимостью 250 мл помещают 0,5 г (точная навеска) субстанции, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до метки. К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 1 г калия бромида, 50 мл 0,0167 М калия бромата раствора, 15 мл хлороформа и 15 мл хлористоводородной кислоты 25%, выдерживают в темном месте в течение 15 мин, периодически встряхивая, прибавляют 10 мл калия йодида раствора 10%, энергично встряхивают, выдерживают при комнатной температуре в течение 5 мин и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до обесцвечивания (индикатор — 1 мл крахмала раствора 1%).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,0167 М раствора калия бромата соответствует 1,835 мг резорцина $C_6H_6O_2$.

ХРАНЕНИЕ

В плотно укупоренной упаковке, в защищенном от света месте.
