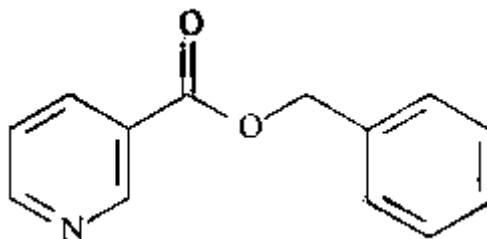


Бензил(пиридин-3-карбоксилат)



$C_{13}H_{11}NO_2$

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°C.

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 $C_{13}H_{11}NO_2$.

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 x 0,32 мм, полидиметилсилоксан, 1,5 мкм;	
Газ-носитель	азот, 4 мл/мин;	
	Время, мин	Температура, °С
Температура колонки		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 "Тяжелые 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 потенциметрически.

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.

