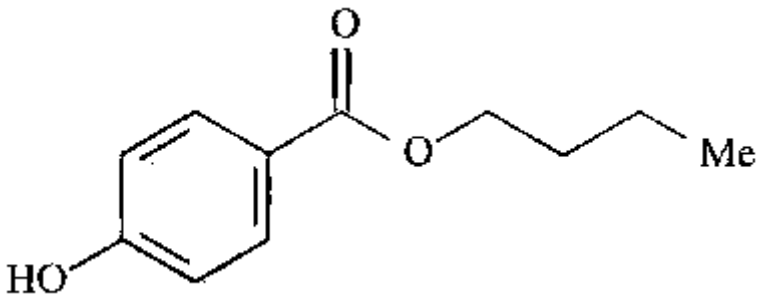
Бутилпарагидроксибензоат **ФС.2.1.0010.15**
Бутилпарагидроксибензоат
Butylis parahydroxybenzoas

Бутил(4-гидроксибензоат)



$C_{11}H_{14}O_3$ М. м. 194,23

Содержит не менее 98,0% и не более 102,0% бутил парагидроксибензоата $C_{11}H_{14}O_3$.

Описание. Белый или почти белый кристаллический порошок или бесцветные кристаллы.

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

Подлинность

1. ИК-спектр. Инфракрасный спектр субстанции, смятый в диске с калия бромидом в области от 4000 до 400 $см^{-1}$, по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца бутилпарагидроксибензоата.

2. ТСХ. Основное пятно на хроматограмме испытуемого раствора Б, полученной в испытании "Родственные примеси", по положению, величине и интенсивности поглощения должно соответствовать пятну на хроматограмме раствора сравнения В бутилпарагидроксибензоата.

Температура плавления. От 68 до 71°С (ОФС "Температура плавления"). Субстанцию предварительно сушат в вакууме в эксикаторе над безводным силикагелем в течение 24 ч.

Кислотность. 0,2 г субстанции растворяют в 5 мл спирта 96%, прибавляют 5 мл воды и 0,1 мл 0,05% раствора бромкрезолового зеленого. Окраска раствора должна измениться от прибавления не более 0,1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида.

Родственные примеси. Определение проводят методом тонкослойной хроматографии (ТСХ).

Испытуемый раствор А. Около 0,1 г субстанции (точная навеска) помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в ацетоне, доводят объем раствора ацетоном до метки и перемешивают.

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

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

Раствор сравнения Б. 0,01 г стандартного образца бутилпарагидроксибензоата помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в ацетоне, доводят объем раствора ацетоном до

метки и перемешивают.

Раствор сравнения В. 0,01 г пропилпарагидроксибензоата [пропил(4-гидроксибензоата)] помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, прибавляют 1 мл испытуемого раствора А, доводят объем раствора ацетоном до метки и перемешивают.

На линию старта хроматографической пластинки со слоем силикагеля КС 18 F_{254} или аналогичного наносят по 2 мкл испытуемого раствора А (20 мкг), испытуемого раствора Б (2 мкг), раствора сравнения А (0,1 мкг), раствора сравнения Б (2 мкг стандартного образца бутилпарагидроксибензоата) и раствора сравнения В (по 2 мкг стандартного образца бутилпарагидроксибензоата и пропилпарагидроксибензоата).

Пластинку сушат на воздухе в течение 5 мин, помешают в камеру со смесью растворителей уксусная кислота ледяная - вода - метанол (1:30:70) и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт подвижной фазы 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, кроме основного пятна, не должно быть пятен, по величине и интенсивности поглощения превышающих основное 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 В четко обнаруживаются 2 пятна.

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

Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС "Микробиологическая чистота".

Количественное определение. Около 1 г (точная навеска) субстанции помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 20,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида, нагревают полученный раствор с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 1 ч и охлаждают. Холодильник промывают 5 мл воды, прибавляя их к охлажденному раствору. Избыток щелочи титруют 0,5 М раствором серной кислоты потенциометрически, определяя точку эквивалентности по второму перегибу на кривой титрования.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 1 М раствора натрия гидроксида соответствует 194,2 мг бутилпарагидроксибензоата $C_{11}H_{14}O_3$.

Хранение. В хорошо укупоренной упаковке.