**Циклопентолата гидрохлорид ФС**

**Циклопентолат**

**Cyclopentolati hydrochloridum Вводится впервые**

[2-(Диметиламино)этил][(*RS*)-(1-гидроксициклопентил)(фенил)ацетата] гидрохлорид



|  |  |
| --- | --- |
| C17H25NO3·HCl | М.м. 327,85 |

Cодержит не менее 98,5 % и не более 101,5 % циклопентолата гидрохлорида C17H25NO3·HCl в пересчёте на сухое вещество.

**Описание**. Белый или почти белый кристаллический порошок. \*Проявляет полиморфизм.

**Растворимость**. Очень легко растворим в воде, легко растворим в спирте 96 %.

**Подлинность**

*1.* *ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»)*.* Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия хлоридом, в области от 4000 до 40 см–1 по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца циклопентолата гидрохлорида.

Если спектры различаются, испытуемую субстанцию и стандартный образец по отдельности растворяют в минимальных объёмах спирта 96 %, выпаривают досуха и записывают спектры сухих остатков.

*2.* *ТСХ.* Определение проводят методом ТСХ (ОФС «Тонкослойная хроматография»).

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля для хроматографии.

*Подвижная фаза (ПФ).* Аммиака раствор концентрированный 25 %—вода—бутилацетат—2-пропанол 5:15:30:50.

*Раствор для детектирования.* Серной кислоты раствор спиртовой 36,6 %.

*Испытуемый раствор.* Растворяют 10,0 мг субстанции в 5,0 мл спирта 96 %.

*Раствор стандартного образца циклопентолата гидрохлорида.* В мерную колбу вместимостью 5 мл помещают 10,0 мг стандартного образца циклопентолата гидрохлорида, растворят в спирте 96 % и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

На линию старта пластинки наносят по 10 мкл раствор стандартного образца циклопентолата гидрохлорида и испытуемого раствора. Пластинку с нанесёнными пробами высушивают на воздухе, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимают из камеры, сушат до удаления следов растворителей, обрабатывают раствором для детектирования, нагревают пластинку при 120 °С в течение 30 мин, охлаждают до комнатной температуры и просматривают в УФ-свете при длине волны 365 нм.

Основная зона адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора по положению, интенсивности поглощения и величине должна соответствовать основной зоне адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца циклопентолата гидрохлорида.

*3. Качественная реакция.* Субстанция должна давать характерную реакцию на хлориды (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

**Температура плавления.** От 135 до 141 °С (ОФС «Температура плавления»).

**рН.** От 4,5 до 5,5 (1 % раствор субстанции в воде, свободной от диоксида углерода, ОФС «Ионометрия», метод 3).

**Родственные примеси**. Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»). Все растворы готовят непосредственно перед применением.

*Буферный раствор.* В химический стакан помещают 0,66 г аммония фосфата, растворяют в 900 мл воды и доводят значение рН фосфорной кислотой концентрированной до 3,0±0,05. Полученный раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объём раствора водой до метки.

*Подвижная фаза (ПФ).* Ацетонитрил—буферный раствор 45:55.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 20,0 мг субстанции, растворяют в воде и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора водой до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора водой до метки.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 10,0 мг стандартного образца циклопентолата для проверки пригодности хроматографической системы (содержит примесь С), растворяют в воде и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

Примечание.

Примесь С: [2-(Диметиламино)этил](фенилацетат), CAS 36882-00-5.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 125 × 4,0 мм, силикагель гексилсилильный, эндкепированный для хроматографии, 5 мкм; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 220 нм; |
| Объём пробы | 20 мкл; |
| Время хроматографирования | 2,5-кратное от времени удерживания пика циклопентолата. |

Хроматографируют раствор для проверки пригодностихроматографической системы, раствор сравнения и испытуемый раствор.

*Идентификация примесей.* Для идентификации пика примеси С используется хроматограмма раствора для проверки пригодности хроматографической системы и прилагаемая к стандартному образцу циклопентолата для проверки пригодности хроматографической системы.

*Относительное время удерживания соединений*. Циклопентолат – 1 (около 4 мин); примесь С – около 0,9.

*Пригодность хроматографической системы*. На хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы *отношение максимум/минимум (p/v)* между пиками циклопентолата и примеси С должно быть не менее 6,0.

*Поправочные коэффициенты.* Для расчёта содержания площадь пика примеси С умножается на 2,0.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора:

– площадь пика примеси C не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %);

– площадь пика любой другой примеси не должна превышать 0,2 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,1 %);

– суммарная площадь пиков всех примесей не должна превышать двукратную площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 1,0 %).

Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 0,1 площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,05 %).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 1 г (точная навеска) субстанции высушивают при температуре 105 °С в течение 4 ч.

**Сульфатная зола**. Не более 0,1 % (ОФС «Сульфатная зола»). Для определения используют около 1,0 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.

Около 0,25 г (точная навеска) субстанции растворяют в смеси 1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты и 50 мл спирта 96 %, титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (ОФС «Потенциометрическое титрование»)по второму перегибу на кривой титрования.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 32,79 мг циклопентолата гидрохлорида C17H25NO3·HCl.

**Хранение**. В защищённом от света месте.

\*Приводится для информации.