**Тиоуреидоиминометилпиридиния ФС**

**перхлорат**

**Тиоуреидоиминометилпиридиния**

**перхлорат**

**Thioureidoiminomethylpyridinii perchloras Вводится впервые**

2-(Пиридин-4-илметилиден)гидразин-1-карботиоамида перхлорат



|  |  |
| --- | --- |
| C7H8N4S·HClO4 | М.м. 280,69 |

Cодержит не менее 98,5 % и не более 101,5 % тиоуреидоиминометилпиридиния перхлората C7H8N4S·HClO4 в пересчёте на сухое вещество.

**Описание**. Жёлтый или жёлтый с зеленоватым оттенком кристаллический порошок.

**Растворимость**. Легко растворим в диметилсульфоксиде, диметилформамиде, мало растворим в спирте 60 % и воде.

**Подлинность**

*1.* *ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»)*.* Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 500 см-1 по положению полос поглощения должен соответствовать рисунку спектра тиоуреидоиминометилпиридиния перхлората (Приложение).

*2.* *Спектрофотометрия.* Спектр поглощения 0,00056 % раствора субстанции в спирте 60 % в области длин волн от 230 до 380 нм должен иметь максимум при 317 нм (раздел «Количественное определение»).

*3.* *Качественная реакция.* Растворяют10 мг субстанции в 10 мл воды, прибавляют 1 каплю метиленового синего раствора 0,15 %; должно появиться сине-зелёное окрашивание.

*4. Качественная реакция.* Присжигании крупинок субстанции на медной проволоке пламя горелки должно окрашиваться в зелёный цвет (хлориды).

**Температура плавления.** От 236 до 242 °С (с разложением, ОФС «Температура плавления»).

**Родственные примеси**. Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»).

*Уксусной кислоты раствор 2 %.* В мерную колбу вместимостью 1 л помещают 19 мл уксусной кислоты и доводят объём раствора водой до метки.

*Подвижная фаза (ПФ).* Ацетонитрил—уксусной кислоты раствор 2 % 5:95.

*Испытуемый раствор.* Около 10 мг (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в 8 мл ПФ и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор А.* Около 50 мг (точная навеска) тиосемикарбазида (гидразин-1-карботиоамид, CAS 79-19-6) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 80 мл ПФ и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Стандартный раствор Б.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл стандартного раствора А и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор для проверки пригодности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают 5,0 мл испытуемого раствора и 5,0 мл стандартного раствора А.

*Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы.* В мерную колбувместимостью 10 мл помещают 1,0 мл стандартного раствора Б и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 250 × 4,6 мм, силикагель октадецилсилильный для хроматографии (С18), 5 мкм; |
| Температура колонки | 25 °С; |
| Скорость потока | 0,8 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 246 нм; |
| Объём пробы | 20 мкл; |
| Время хроматографирования | 3-кратное от времени удерживания пика тиоуреидоиминометилпиридиния. |

Хроматографируют раствор для проверки чувствительности хроматографическойсистемы, раствор для проверки пригодности хроматографической системы, стандартный раствор Б и испытуемый раствор.

*Относительное время удерживания соединений*. тиоуреидоиминометилпиридиния перхлората – 1 (около 17 мин); примесь тиосемикарбазида – около 0,8.

*Пригодность хроматографической системы*. Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы:

˗ *разрешение (RS)* между пиками примеси тиосемикарбазида и тиоуреидоиминометилпиридиния должно быть не менее 2,0;

˗ *фактор асимметрии* пика (*AS*) тиосемикарбазида должен быть не более 2,0;

˗ *фактор асимметрии* пика (*AS*) тиоуреидоиминометилпиридиния должен быть не более 2,0;

˗ относительное стандартное отклонение площади пика тиосемикарбазида должно быть не более 2,0 % (6 определений);

˗ относительное стандартное отклонение площади пика тиоуреидоиминометилпиридиния должно быть не более 2,0 % (6 определений);

На хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы *отношение сигнал/шум (S/N)* для пика тиосемикарбазида должно быть не менее 10.

*Допустимое содержание примесей*

 Содержание тиосемикарбазида в субстанции в процентах (*Х*) в пересчёте на сухое вещество вычисляют по формуле:



|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S1* | − | площадь пика тиосемикарбазида на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *S*0 | − | площадь пика тиосемикарбазида на хроматограмме стандартного раствора Б; |
|  | *a*0 | − | навеска тиосемикарбазида, мг; |
|  | *a1* | − | навеска субстанции, мг; |
|  | *P* | − | содержание основного вещества в тиосемикарбазиде, %. |

Содержание любой другой примеси в субстанции рассчитывают методом нормирования (ОФС «Хроматография»).

*Допустимое содержание примесей:*

˗ примеси тиосемикарбазида ˗ не более 0,5 %;

˗ любая другая примесь ˗ не более 0,6 %;

˗  сумма неидентифицированных примесей ˗ не более 1,0 %;

˗ сумма всех примесей ˗ не более 1,5 %.

Не учитывают пики, площадь которых менее площади основного пика на хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы (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 до постоянной массы при температуре 100±5 °С.

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

**Тяжёлые металлы.** Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы», метод 2, в зольном остатке, полученном после сжигания 1 г субстанции, с использованием эталонного раствора 1.

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

**Микробиологическая чистота**.В соответствии сОФС «Микробиологическая чистота».

**Количественное определение**. Определение проводят методом спектрофотометрии (ОФС «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях»).

Около 28 мг (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 40 мл спирта 60 % и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора спиртом 60 % до метки.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 317 нм в кювете с толщиной слоя 1 см, в качестве раствора сравнения используют спирт 60 %.

Содержание тиоуреидоиминометилпиридиния перхлората C7H8N4S·HClO4 в процентах (Х) в пересчёте на сухое вещество вычисляют по формуле:

$$X=\frac{А∙100∙50∙100∙1000}{1019∙a∙(100-W)}=\frac{A∙a\_{0}∙500 000 000}{1019∙a∙(100-W)}$$

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *А* | – | оптическая плотность испытуемого раствора; |
|  | *а* | – | навеска субстанции, мг; |
|  | *1019* | – | удельный показатель поглощения тиоуреидоиминометилпиридиния перхлората ($А\_{1см}^{1\%}$); |
|  | *W* | – | потеря в массе при высушивании, %. |

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