

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Гликвидон

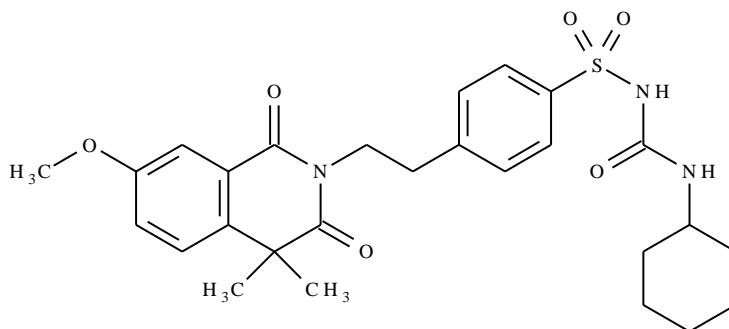
ФС.2.1.0225.22

Гликвидон

Gliquidonum

Вводится впервые

1-Циклогексил-3-(4-[2-(4,4-диметил-7-метокси-1,3-диоксо-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин-2-ил)этил]фенил)сульфонил)мочевина



$C_{27}H_{33}N_3O_6S$

М. м. 527,6

Содержит не менее 98,5 % и не более 101,5 % гликвидона $C_{27}H_{33}N_3O_6S$ в пересчёте на сухое вещество.

Описание. Белый или почти белый порошок.

Растворимость. Легко растворим в диметилформамиде, растворим в ацетоне, мало растворим в спирте 96 % и метаноле, практически нерастворим в воде.

Подлинность

1. ИК-спектрометрия (ОФС «Спектрометрия в инфракрасной области»). Инфракрасный спектр испытуемого образца, снятый в диске с калия бромидом, в области от 2000 до 400 $см^{-1}$ по положению полос

поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца гликвидона.

Испытуемый образец. Растворяют 30 мг субстанции в 10 мл метанола. Выпаривают метанол на роторном испарителе и сушат при температуре 50 °С и остаточном давлении 2,0 кПа в течение 1 ч.

Раствор стандартного образца гликвидона. Растворяют 30 мг стандартного образца гликвидона в 10 мл метанола. Выпаривают метанол на роторном испарителе и сушат при температуре 50 °С и остаточном давлении 2,0 кПа в течение 1 ч.

2. Тонкослойная хроматография. Основная зона адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора по положению, величине и интенсивности флуоресценции должна соответствовать основной зоне адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца гликвидона (раздел «Родственные примеси»).

Температура плавления. От 176 до 181 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1).

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

Пластинка. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F₂₅₄.

Подвижная фаза (ПФ). Уксусная кислота ледяная—спирт 96 %—хлороформ—циклогексан 5:5:45:45.

Растворитель. Дихлорметан—метанол 1:1.

Испытуемый раствор. Растворяют 10,0 мг субстанции в 1,0 мл растворителя.

Раствор стандартного образца гликвидона. Растворяют 10,0 мг стандартного образца гликвидона в 1,0 мл растворителя.

Раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,3 мл раствора стандартного образца гликвидона и доводят объём раствора растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают

1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора растворителем до метки.

Раствор стандартного образца гликвидона сульфонамида. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 3,0 мг стандартного образца гликвидона сульфонамида (4-[2-(4,4-диметил-7-метокси-1,3-диоксо-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин-2-ил)этил]бензолсульфонамид, CAS 33456-68-7) и доводят объём раствора растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора растворителем до метки.

Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. Смешивают равные объёмы раствора сравнения и раствора стандартного образца гликвидона сульфонамида.

На линию старта пластинки наносят по 10 мкл испытуемого раствора (100 мкг), раствора стандартного образца гликвидона (100 мкг), раствора сравнения (0,3 мкг), раствора стандартного образца гликвидона сульфонамида (0,3 мкг) и раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. Пластинку с нанесёнными пробами сушат 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 и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм.

Пригодность хроматографической системы. На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы должны обнаруживаться две разделённые зоны адсорбции.

Допустимое содержание примесей

На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции, находящаяся на уровне зоны адсорбции гликвидона сульфонамида, по совокупности величины и интенсивности флуоресценции не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца гликвидона сульфонамида (не более 0,3 %).

На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции любой другой примеси по совокупности величины и интенсивности флуоресценции не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,3 %).

Потеря в массе при высушивании. Не более 1,0% (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют около 1 г (точная навеска) субстанции.

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

Тяжелые металлы. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с требованиями ОФС «Тяжёлые металлы», метод 1, 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 с ОФС «Микробиологическая чистота».

Количественное определение. Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,3 г (точная навеска) субстанции растворяют в 70 мл диметилформамида и сразу титруют в атмосфере азота 0,1 М раствором тетрабутиламмония гидроксида (индикатор – 2 капли тимолового синего раствор 0,3 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида соответствует 52,76 мг гликвидона $C_{27}H_{33}N_3O_6S$.

Хранение. Особые указания отсутствуют.