МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ**

|  |
| --- |
|  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Метоциния йодид** |  | **ФС.2.1.0471** |
| **Метоциния йодид** |  |  |
| **Metocinii iodidum** |  | **Взамен ФС 42-2880-92** |

|  |
| --- |
|  |

|  |  |
| --- | --- |
|  | |
| C19H24INO3 | М.м. 441,3 |
| [2424-71-7] |  |

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

2-{[Гидрокси(дифенил)ацетил]окси}-*N*,*N*,*N*-триметилэтанаминия иодид.

Cодержит не менее 99,0 % и не более 100,5 % метоциния йодид C19H24INO3 в пересчёте на сухое вещество.

СВОЙСТВА

Описание. Белый или желтоватый кристаллический порошок.

Растворимость. Умеренно растворим в воде, мало растворим в спирте 95 %, практически нерастворим в хлороформе.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

*1. Качественная реакция.* Растворяют 50 мг субстанции в 2 мл серной

кислоты концентрированной при нагревании; должно появиться окрашивание в пурпурно-красный цвет. При дальнейшем нагревании выделяются пары фиолетового цвета.

*2. Качественная реакция*. В пробирку помещают 0,1 г субстанции и 0,35 мл калия дихромата раствора в серной кислоте. Пробирку накрывают кусочком фильтровальной бумаги, смоченной свежеприготовленным натрия нитропруссида раствором 1 % и каплей пиперидина, и нагревают на небольшом пламени горелки, должно появиться синее пятно.

*3. Качественная реакция.* Растворяют 0,1 г субстанции в 10 мл воды при температуре 30 °С; раствор должен давать качественные реакции А и Б на йодиды (ОФС «Общие реакции на подлинность»).

ИСПЫТАНИЯ

**Температура плавления**. От 193 до 196 °C (ОФС «Температура плавления»).

**Прозрачность раствора**. Раствор 10 мг субстанции в 10 мл воды должен быть прозрачным (ОФС «Прозрачность и степень опалесценции (мутности) жидкостей»).

**Цветность раствора**. Раствор, полученный в испытании «Прозрачность раствора», должен быть бесцветным (ОФС «Степень окраски жидкостей», метод 2).

**pH**. От 5,5 до 7,0. (1,0 г субстанции встряхивают с 40 мл воды в течение 2 мин и фильтруют, ОФС «Ионометрия», метод 3).

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

*Пластинка*. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Подвижная фаза*. Уксусная кислота ледяная—бензол 5:9.

*Испытуемый раствор*. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 0,2 г субстанции, растворяют при температуре 40–50 °С в 8 мл ацетонитрила, охлаждают до комнатной температуры и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения А*. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 20,0 мг бензиловой кислоты, растворяют в ацетонитриле и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения Б*. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 20,0 мг диметиламиноэтилбензилата, растворяют в ацетонитриле и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

На линию старта пластинки наносят по 20 мкл испытуемого раствора (400 мкг), 1 мкл раствора сравнения А (2 мкг), 0,6 мкл раствора сравнения А (1,2 мкг), 2 мкл раствора сравнения Б (4 мкг) и 1 мкл раствора сравнения Б (2 мкг). Пластинку с нанесёнными пробами сушат на воздухе в течение 5 мин, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдёт 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 0,6 мкл раствора сравнения А должна обнаруживаться чёткая зона адсорбции.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции бензиловой кислоты по совокупности величины и интенсивности окраски не должна превышать зону адсорбции бензиловой кислоты на хроматограмме 1 мкл раствора сравнения А (не более 0,5 %).

Пластинку опрыскивают реактивом Драгендорфа, выдерживают в течение 10 мин и просматривают в видимом свете.

*Пригодность хроматографической системы.* На хроматограмме 1 мкл раствора сравнения Б должна обнаруживаться чёткая зона адсорбции.

*Допустимое содержание примесей.* На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции диметиламиноэтилбензилата по совокупности величины и интенсивности окраски не должна превышать зону адсорбции диметиламиноэтилбензилата на хроматограмме 2 мкл раствора сравнения Б (не более 1,0 %).

**Свободный йод**. Растворяют 0,5 г субстанции в 20 мл воды при температуре 60 °С, прибавляют 0,5 мл йодида калия раствора 16,6 % и 1 мл крахмала раствора 1 %; не должно появляться синее окрашивание.

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Для определения используют 0,5 г (точная навеска) субстанции.

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

**Тяжёлые металлы**. Не более 0,001 %. Определение проводят в соответствии с ОФС «Тяжёлые металлы» (метод 3Б) в зольном остатке, полученном после сжигания 1,0 г субстанции, с использованием эталонного раствора 1.

**Остаточные органические растворители.** Всоответствии с ОФС Остаточные органические растворители».

Бактериальные эндотоксины. Не более 175 ЕЭ на 1 мг субстанции (ОФС «Бактериальные эндотоксины»).

Микробиологическая чистота. В соответствии с ОФС «Микробиологическая чистота».

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом титриметрии.

Растворяют 0,5 г (точная навеска) субстанции при нагревании в 100 мл воды. Раствор охлаждают, прибавляют 5 мл азотной кислоты 16 %, 25 мл 0,1 М раствора нитрата серебра и избыток нитрата серебра, титруют 0,1 М раствором тиоцианата аммония (индикатор – 2 мл железа(III) аммония сульфата раствора 0,2 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 44,13 мг метоциния йодида C19H24INO3.

ХРАНЕНИЕ

В плотно укупоренной упаковке, в защищённом от света месте.