

ФС.2.1.0548. Фармакопейная статья.

Пипемидовая кислота тригидрат.

Пипемидовая кислота

Министерство здравоохранения Российской Федерации · № ФС.2.1.0548 ● Действующий акт

(утв. и введена в действие Приказом Минздрава России от 20.07.2023 № 377)
(«Государственная фармакопея Российской Федерации. XV издание»)

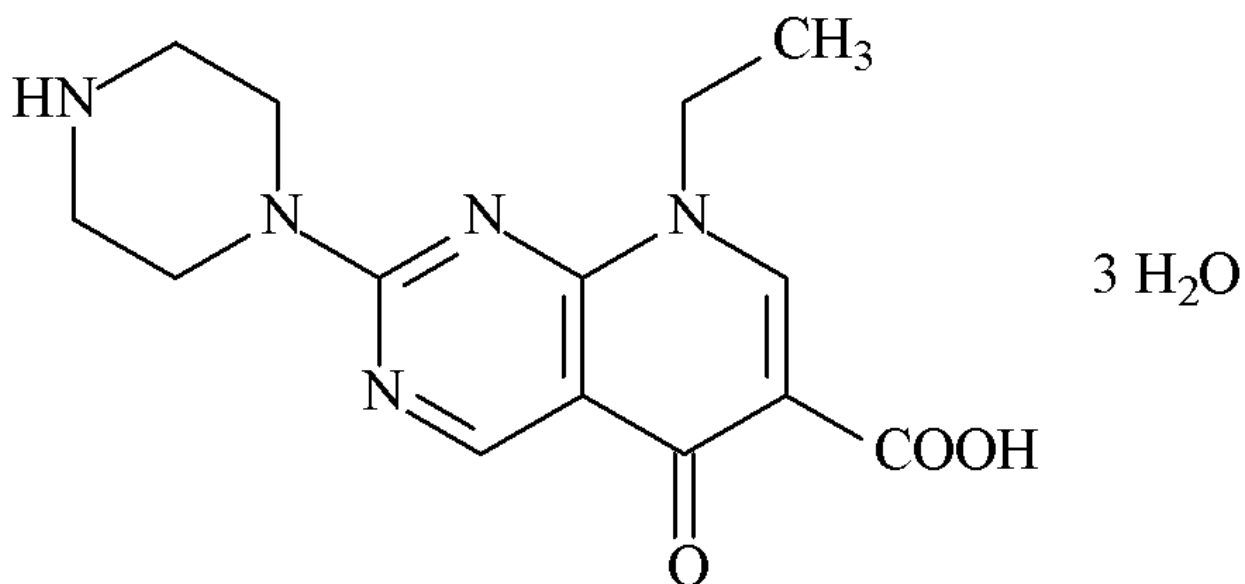
Примечание

Текст документа приведен в соответствии с публикацией на сайте <https://minzdrav.gov.ru/> по состоянию на 22.08.2023. В соответствии с Приказом Минздрава России от 20.07.2023 № 377 данный документ введен в действие с 01.09.2023.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Пипемидовая кислота тригидрат	ФС.2.1.0548
Пипемидовая кислота	
Acidum pipemidicum trihydricum	Вводится впервые



C₁₄H₁₇N₅O₃·3H₂O
[72571-82-5]

М.м. 357,36

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

5-Оксо-2-(пиперазин-1-ил)-8-этил-5,8-дигидропиридо[2,3-d]пиримидин-6-карбоновая кислота тригидрат.

Содержит не менее 98,5% и не более 101,0% пипемидовой кислоты C₁₄H₁₇N₅O₃ в пересчете на сухое вещество.

СВОЙСТВА

Описание. Желтый или светло-желтый кристаллический порошок.

Растворимость. Очень мало растворим в воде и метиленхлориде, практически нерастворим в спирте 96%.

<*> Растворяется в разбавленных растворах кислот и щелочей.

<*> Приводится для информации.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

ИК-спектрометрия (ОФС «Спектрометрия в средней инфракрасной области»). Инфракрасный спектр субстанции в области от 4000 до 400 см⁻¹ по положению полос поглощения должен соответствовать спектру фармакопейного стандартного образца пипемидовой кислоты тригидрата.

ИСПЫТАНИЯ

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

Раствор А. В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 5,7 г лимонной кислоты и 1,7 г натрия декансульфоната, растворяют в воде и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

Подвижная фаза (ПФ). Ацетонитрил – метанол – раствор А 200:200:600.

Испытуемый раствор. В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 20,0 мг (точная навеска) субстанции, растворяют в 10 мл ПФ и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объем раствора ПФ до метки.

Раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 10 мл помещают 2,0 мл испытуемого раствора и доводят объем раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объем раствора ПФ до метки.

Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы. В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 1,0 мг этилпарагидроксибензоата, растворяют в 2,0 мл испытуемого раствора и доводят объем раствора ПФ до метки.

Хроматографические условия

Колонка	150 x 4,6 мм, силикагель октадецилсилильный, эндкепированный для хроматографии, 5 мкм;
Температура колонки	25 °С;
Скорость потока	0,8 мл/мин;
Детектор	спектрофотометрический, 275 нм;
Объем пробы	20 мкл;
Время хроматографирования	2,5-кратное от времени удерживания пика пипемидовой кислоты.

Хроматографируют раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы, раствор сравнения и испытуемый раствор.

Относительное время удерживания соединений. Пипемидовая кислота – 1 (около 15 мин), этилпарагидроксибензоат – около 0,8.

Пригодность хроматографической системы. На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы разрешение (RS) между пиками этилпарагидроксибензоата и пипемидовой кислоты должно быть не менее 4,0.

Допустимое содержание примесей. На хроматограмме испытуемого раствора:

- площадь пика любой примеси не должна превышать 0,5 площади пика пипемидовой кислоты на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,1%);
- сумма площадей пиков всех примесей не должна превышать площадь пика пипемидовой кислоты на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,2%).

Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 0,25 площади пика пипемидовой кислоты на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,05%).

Потеря в массе при высушивании. Не менее 14% и не более 16% (ОФС «Определение воды», метод 1). Для определения используют 1 г (точная навеска) субстанции.

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

Тяжелые металлы. Не более 0,002% (ОФС «Тяжелые металлы», метод 6).

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

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

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Определение проводят методом титриметрии (ОФС «Титриметрия (титриметрические методы анализа)»).

Растворяют 0,24 г (точная навеска) субстанции в 50 мл уксусной кислоты безводной и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты. Конечную точку титрования определяют потенциометрически (ОФС «Потенциометрическое титрование»).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 30,33 мг пипемидовой кислоты C₁₄H₁₇N₅O₃.

ХРАНЕНИЕ

В защищенном от света месте.
