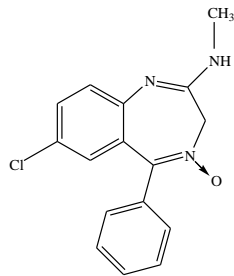


# CLORDIAZEPÓXIDO



$C_{16}H_{14}ClN_3O_3$

PM: 299,75

58-25-

**Definición** - Clordiazepóxido es 7-cloro-2-(metilamino)-5-fenil-3H-1,4-benzodiazepin 4-óxido. Debe contener no menos de 99,0 por ciento y no más de 101,0 por ciento de  $C_{16}H_{14}ClN_3O_3$ , calculado sobre la sustancia seca y debe cumplir con las siguientes especificaciones.

**Caracteres generales** - Polvo cristalino blanco o casi blanco. Moderadamente soluble en etanol; muy poco soluble en agua. Presenta polimorfismo.

**Sustancias de referencia** - Clordiazepóxido SR-FA. Impureza A de Clordiazepóxido SR-FA: 7-cloro-1,3-dihidro-5-fenil-2H-1,4-benzodiazepin-2-ona 4-óxido.

## CONSERVACIÓN

En envases inactivos herméticos.

## ENSAYOS

### Identificación

**A** - Absorción infrarroja <460>. *En fase sólida.*

**B** - A 20 mg de Clordiazepóxido agregar 5 mL de ácido clorhídrico y 10 mL de agua. Calentar a ebullición para producir la hidrólisis y dejar enfriar. Agregar 2 mL de solución de nitrito de sodio al 0,1 % y agitar. Agregar 1 mL de solución de sulfamato de amonio al 0,5 %, agitar durante 2 minutos y agregar 1 mL de solución clorhidrato de N-(1-naftil)etilendiamina al 0,1 %. Debe producirse coloración violeta rojizo.

### Pureza cromatográfica

**Fase estacionaria** - Emplear una placa para cromatografía en capa delgada (ver 100. *Cromatografía*) recubierta con gel de sílice para cromatografía con indicador de fluorescencia, de 0,25 mm de espesor.

**Fase móvil** - Acetato de etilo.

**Solución muestra** - Disolver una cantidad exac-

tamente pesada de Clordiazepóxido en acetona para obtener una solución de aproximadamente 20 mg por mL.

**Solución estándar A** - Disolver una cantidad exactamente pesada de impureza A de Clordiazepóxido SR-FA en acetona para obtener una solución de aproximadamente 0,1 mg por mL.

**Solución estándar B** - Disolver una cantidad exactamente pesada de 2-amino-5-clorobenzenofenona en acetona para obtener una solución de aproximadamente 0,01 mg por mL.

**Revelador 1** - Emplear ácido sulfúrico 1 M.

**Revelador 2** - Emplear una solución de 1 mg por mL de nitrito de sodio en agua.

**Revelador 3** - Emplear una solución de 5 mg por mL de sulfamato de amonio en agua.

**Revelador 4** - Emplear una solución de 1 mg por mL de clorhidrato de N-(1-naftil)etilendiamina en agua.

**Procedimiento** - Aplicar por separado sobre la placa 50  $\mu$ L de la *Solución muestra* y 10  $\mu$ L de las *Soluciones estándar A* y *B*. Dejar secar las aplicaciones y desarrollar el cromatograma en una cámara no saturada hasta que el frente del solvente haya recorrido aproximadamente tres cuartas partes de la longitud de la placa. Retirar la placa de la cámara, marcar el frente del solvente y dejar secar. Pulverizar sobre la placa con *Revelador 1*, secar a 105 °C durante 15 minutos y luego pulverizar sucesivamente con *Revelador 2*, *Revelador 3* y *Revelador 4*. Examinar los cromatogramas: ninguna mancha secundaria en el cromatograma obtenido a partir de la *Solución muestra* que corresponda a impureza A de Clordiazepóxido debe ser más intensa que la mancha obtenida con la *Solución estándar A* (0,1 %); ninguna mancha secundaria en el cromatograma obtenido a partir de la *Solución muestra* que corresponda a 2-amino-5-clorobenzenofenona debe ser más intensa que la mancha obtenida con la *Solución estándar B* (0,01 %).

### Pérdida por secado <680>

Secar a 105 °C durante 4 horas: no debe perder más de 0,5 % de su peso.

### Determinación del residuo de ignición <270>

No más de 0,1 %.

## VALORACIÓN

Pesar exactamente alrededor de 250 mg de Clordiazepóxido, disolver en 80 mL de ácido acético glacial, calentar si fuera necesario, y titular con ácido perclórico 0,1 M (SV), determinando el punto final potenciométricamente. Realizar una determinación con un blanco y hacer las correcciones necesarias

94 (ver 780. *Volumetría*). Cada mL de ácido perclórico  
95 0,1 M equivale a 29,98 mg de  $C_{16}H_{14}ClN_3O_3$ .

96