

## INFORME TECNICO

# GLIBENCLAMIDA

### SUSTANCIA QUIMICA DE REFERENCIA

Lote N° 1018

$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$

P. Mol.: 494,0

5-Cloro-N-[2-[4-[[[(ciclohexilamino)carbonil]amino]sulfonyl]fenil]etil]-2-metoxibenzamida.

**Descripción:** polvo cristalino blanco.

**Espectro de absorción infrarrojo:**

Sustancia tal cual.

Disco de KBr.

Concentración: aproximadamente 1 mg de sustancia en 100 mg de KBr.

Equipo: espectrofotómetro FT-IR Perkin Elmer, modelo Spectrum 1000.

(Ver espectro adjunto).

**Análisis Termogravimétrico:** la pérdida de peso calculada a 105 °C fue de 0,34 % (Determinaciones efectuadas: 6; desviación estándar: 0,20).

Equipo: termoanalizador Mettler Toledo, modelo TG 50

Se emplearon crisoles de alúmina de 70 µl, con tapa perforada.

Gas inerte: corriente de nitrógeno con un caudal de 60 ml/ minuto.

Temperatura inicial: 35 °C.

Temperatura final: 185 °C.

Velocidad de calentamiento: 10 °C/minuto.

Masa: alrededor de 10 mg.

**Rango de fusión:** 170,3 – 172,1 °C. (Determinaciones efectuadas: 3).

Realizado sobre sustancia previamente secada al vacío sobre gel de sílice, durante 24 horas a temperatura ambiente.

Capilar colocado en el baño térmico 10 °C antes del comienzo de la fusión, con velocidad de calentamiento de 1 °C/minuto.

Equipo: Buchi, modelo 510.

### **Espectro de absorción ultravioleta:**

**Precauciones:** no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

Concentración de la solución (sobre la sustancia tal cual): 0,014 % p/v en el disolvente.

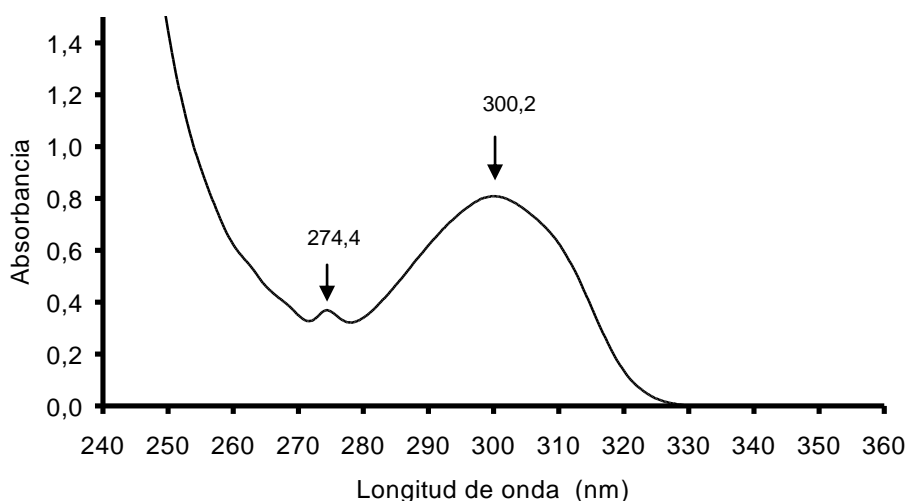
Disolvente: solución de ácido clorhídrico 1 N al 1 % V/V en metanol.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 1

Barrido UV entre 220 y 360 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2101 PC.



### **Absorbancia:**

Concentración, disolvente, cubetas, slit, equipo y precauciones ídem espectro de absorción ultravioleta.

$\lambda$ : 274,4 nm

A (sobre la sustancia tal cual) = 0,418 (Determinaciones efectuadas: 4; coeficiente de variación: 0,15 %).

$\lambda$ : 300,2 nm

A (sobre la sustancia tal cual) = 0,905 (Determinaciones efectuadas: 4; coeficiente de variación: 0,15 %).

### **Estimación de impurezas presentes por cromatografía líquida de alta eficacia:**

**Precauciones:** no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

Equipo: cromatógrafo líquido de alta eficacia Shimadzu, modelo LC10A, con procesador de datos Hewlett Packard, HP3365 Serie II, Chemstation.

Columna: Phenomenex Luna (C8); longitud: 25 cm; diámetro interno: 4,6 mm; diámetro de partícula: 5  $\mu$ m.

Longitud de onda: 254 nm.

Fase móvil: solución de fosfato monobásico de amonio 5,8 g por litro – acetonitrilo (45:55). ajustado a pH 5,2.

Flujo: 2,0 ml/minuto.

Disolvente de la muestra: agua – acetonitrilo (4:10).

Muestra: Glibenclamida.  
Concentración de la muestra: 0,7 mg/ml.  
Volumen inyectado: 20 µl.

**Resultado: se detecta la presencia de doce impurezas.**

Tiempo de retención aproximado (minutos)	% de área respecto del área total
1,5	0,076
1,7	0,007
2,4	0,014
2,7	0,031
3,1	0,006
3,4	0,012
3,8	0,007
4,1	0,104
5,1	0,014
5,8	pico principal
7,5	0,005
7,9	0,004
8,6	0,007

**Impurezas totales estimadas:** 0,29 %.

**Análisis Térmico:** la pureza estimada por Calorimetría Diferencial de Barrido, sobre sustancia tal cual, fue de 99,08 moles %. (Determinaciones efectuadas: 3; coeficiente de variación: 0,05 %).

Equipo: termoanalizador Mettler Toledo, modelo DSC 821<sup>e</sup>.

Se emplearon crisoles de aluminio de 40 µl, herméticamente cerrados.

Temperatura inicial: 160 °C.

Velocidad de calentamiento: 3 °C/minuto.

Temperatura de fusión de los últimos cristales: 172,9 °C (Determinaciones efectuadas: 3; coeficiente de variación: 0,13 %).

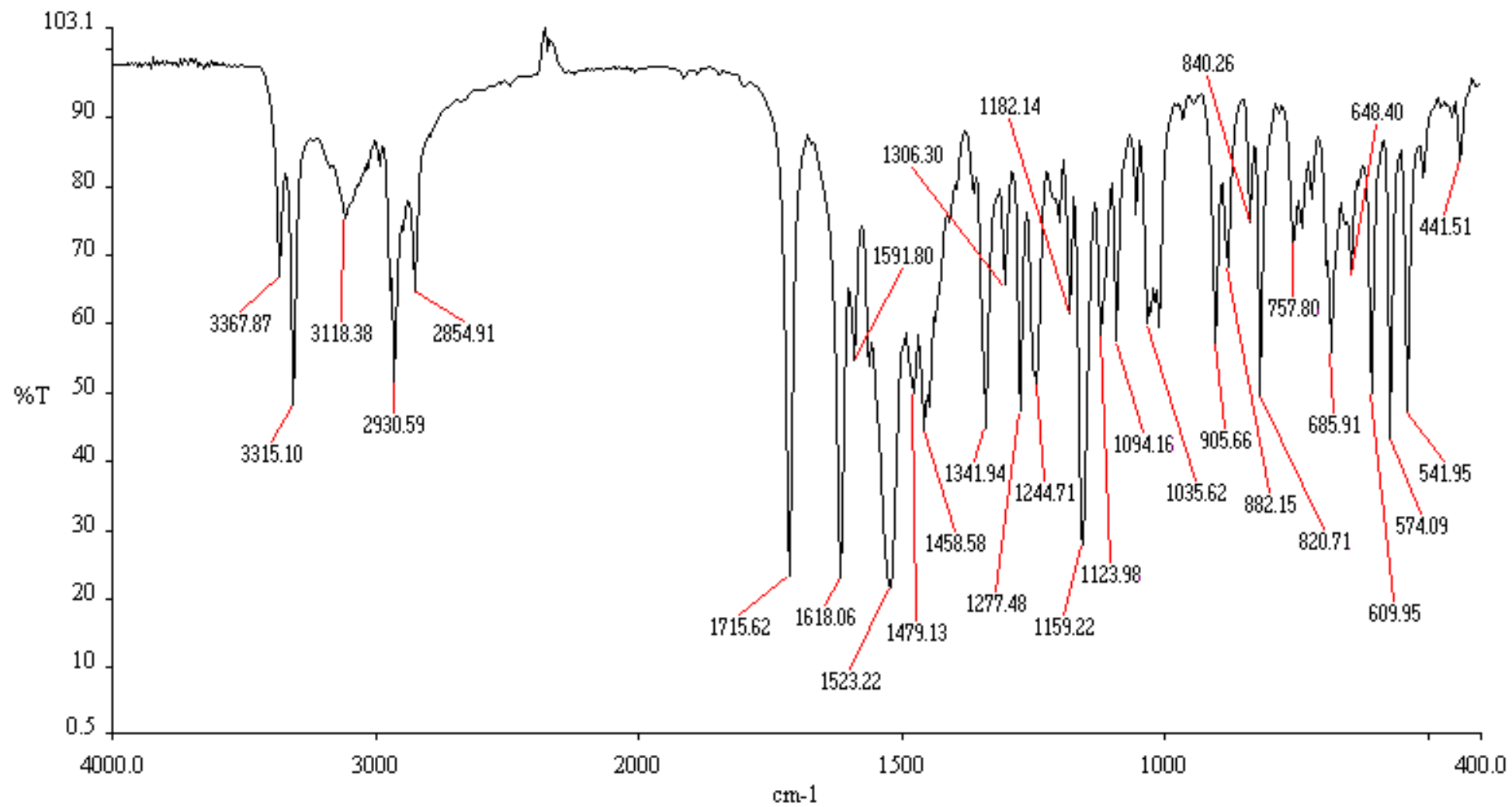
**Valoración:** 100,0 %, calculado sobre la sustancia secada (Determinaciones efectuadas: 84).  
Método: titulación potenciométrica con solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

**Conservación:** esta Sustancia de Referencia debe conservarse en envase herméticamente cerrado al abrigo de la luz, a una temperatura de 5 °C ± 3 °C y en ambiente de baja humedad.

#### Uso

La Sustancia Química de Referencia Glibenclamida está destinada exclusivamente a ser usada en ensayos y valoraciones químicas y no debe ser utilizada para consumo humano o animal. El riesgo y las eventuales consecuencias de su uso con propósitos diferentes al previsto será exclusiva responsabilidad del usuario.

Esta Sustancia Química de Referencia proveniente de la Farmacopea Brasileña, ha sido reconocida por la ANMAT mediante Disposición N° 2604/2010.



**Glibenclamida – Sustancia de Referencia Farmacopea Brasileña – Farmacopea Argentina**