

УТВЕРЖДАЮ

Директор Федерального государственного  
унитарного предприятия «Научно-  
исследовательский институт гигиены,  
профпатологии и экологии человека»  
Федерального медико-биологического  
агентства

доктор медицинских наук, профессор

  
В.Р. Рембовский

« » \_\_\_\_\_ 2017 г.

Заключение

по результатам исследования образца препарата «Sarmastol»

*Цель проведения исследований:* установление подлинности фармпрепарата «Sarmastol».

*Образцы предоставлены:* Envenom Pharm.

*Объект исследования:* лекарственная форма – капсулы

*Определяемые компоненты:* АС-262536

*Метод исследований:* высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием в режиме высокого разрешения.

*Средства измерений:* ВЭЖХ-МС/МС высокого разрешения фирмы «Thermo Scientific» (США), хроматограф модель DionexUltiMate 3000 и масс-спектрометр Q Exactive (электроспрей HESI – II в режиме положительной ионизации)

*Краткая характеристика образца, представленного на анализ*

Торговое название препарата: «Sarmastol». Лекарственная форма – капсулы.

Внешний вид препарата: порошок в капсуле белого цвета.

Активный компонент: АС-262536, брутто-формула  $C_{18}H_{18}N_2O$ .

*Подготовка образца к ВЭЖХ анализу*

Капсулы растворяли в 5 мл метанола (чистый для ВЭЖХ). Приготовленный раствор разбавляли метанолом в 100 раз и анализировали 5 мкл методом ВЭЖХ-МС высокого разрешения.

*Оборудование и условия проведения ВЭЖХ-МС анализа*

Жидкостной хроматограф UltiMate 3000, с масс-селективным детектором Q-Exactive. Режим ионизации: ионизация электрораспылением. Хроматограф оборудован колонкой Zorbax SB-C8 длиной 15 см, внутренним диаметром 4,6 мм, с размером частиц 1,8 мкм.

Режим элюирования градиентный: элюент А - 0,1% раствор муравьиной кислоты в воде, элюент Б – ацетонитрил, соотношения компонентов подвижной фазы представлены в таблице 1. Объемная скорость подвижной фазы через колонку – 0.4мл/мин. Температура термостата колонки 35 °С. Объем вводимой пробы для анализа 5 мкл.

Таблица 1 – Соотношения компонентов подвижной фазы

Время	% Б
0	10
5	10
20	90
40	90
40,1	10
45	10

Условия работы масс-селективного детектора: поток газа-осушителя 45 у.е. Поток вспомогательного газа 12 у.е. Давление на распылителе 35 psi. Температура газа-осушителя 350 °С. Температура вспомогательного потока 400°С. Напряжение на капилляре 3500В. Детектирование осуществлялось в режиме сканирования по полному ионному току (SCAN): регистрация ионов в диапазоне m/z от 100до 1500 в положительной ионизации.

*Идентификация компонентов образца препарата методом ВЭЖХ-МС высокого разрешения*

Идентификацию компонентов проводили по точной массе соответствующего протонированного молекулярного иона  $[M+H]^+$ .

На рисунке 1 приведена масс-хроматограмма и масс-спектр, полученные при анализе раствора образца препарата методом ВЭЖХ-МС реконструированная по точной массе АС-262536  $[M+H]^+$  –279.14919.

