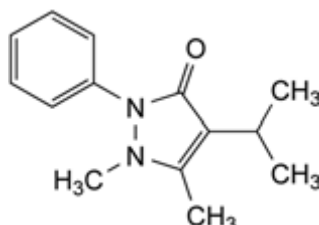


PROPYPHENAZONUM

Propifenazon



C₁₄H₁₈N₂O
[479-92-5]

M_r 230,3

DEFINÍCIÓ

A propifenazon szárított anyagra vonatkoztatott 1,5-dimetil-4-(1-metiletil)-2-fenil-1,2-dihidro-3H-pirazol-3-on-tartalma 99,0–101,0%.

SAJÁTSÁGOK

Fehér vagy enyhén sárgás színű, kristályos por. Vízen kevésbé oldódik; alkoholban és diklórmétánban bőségesen oldódik.

AZONOSÍTÁS

Első azonosítás: A, B.

Második azonosítás: A, C, D.

A. Olvadáspont (2.2.14): 102–106 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálatot végzünk (2.2.24).

Összehasonlítás: CRS propifenazonnal.

C. Vékonyréteg-kromatográfia (2.2.27).

Vizsgálati oldat. 80 mg vizsgálandó anyagot R metanollal 5 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat. 80 mg CRS propifenazont R metanollal 5 ml-re oldunk.

Lemez: R VRK HF₂₅₄ szilikagél.

Kifejlesztőszer: R 1-butanol – R ciklohexán – R etil-acetát (10+45+45 V/V).

Felvitel: 5 µl.

Kifejlesztés: a lemezmagasságkétharmadáig.

Szárítás: meleg levegőáramban 15 percig.

Előhívás: 254 nm-es ultraibolya fényben.

Értékelés: a vizsgálati oldat kromatogramjának főfoltja helyét és méretét tekintve egyezzen meg az összehasonlító oldat kromatogramjának főfoltjával.

D. 1 ml S oldat (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *RI vas(III)-klorid-oldattal* elegyítve barnászörsre színeződik. E szín 1 ml *R hígított sósav* hozzáadására sárgára változik.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 2 g anyagot *R alkohol* és *R szén-dioxid-mentes víz* egyenlő térfogatarányú elegyével 50 ml-re oldunk.

Az oldat külleme. Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

Savasság, lúgosság. Az S oldat 10 ml-e 0,1 ml *R fenolftalein-oldattal* elegyítve színtelen legyen, de 0,2 ml 0,01 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* rózsaszínűre változzék. Az így nyert oldat 0,4 ml 0,01 M *sósav-mérőoldat* hozzáadására színtelen legyen; ez az oldat 0,2 ml *R metilvörös-oldattól* narancssárgára vagy vörösre színeződjék.

Rokon vegyületek. Folyadékkromatográfia (2.2.29).

Vizsgálati oldat. 20 mg vizsgálandó anyagot a mozgófázissal 20,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (a). 1 ml vizsgálati oldatot a mozgófázissal 100,0 ml-re hígítunk.

Összehasonlító oldat (b). 1 mg *R 4-metilfenazont* és 1 mg *R fenazont* (A-szennyező) a mozgófázissal 10,0 ml-re oldunk.

Oszlop:

- *méretei:* $l=0,25$ m, $\varnothing=4,0$ mm;
- *állófázis:* *R kromatográfias célra szánt, utókezelt, oktadecilszililezett szilikagél* (5 μ m).

Mozgófázis: 13,7 g *R kálium-dihidrogén-foszfátot* 900 ml *R vízben* oldunk, *R híg nátrium-hidroxid-oldattal* beállítjuk az oldat pH-ját 5,2-re, majd *R vízzel* 1000 ml-re hígítjuk. A kapott oldat 60 térfogatrészét 40 térfogatrész *RI acetonitrillel* elegyítjük.

Áramlási sebesség: 1,2 ml/perc

Detektálás: spektrofotométerrel, 210 nm-en.

Injektálás: 20 μ l.

Kromatografálási idő: a propifenazon retenciós idejének négyszerese.

Relatív retenciók az propifenazonra (retenciós ideje kb. 7 perc) vonatkoztatva: A-szennyező kb. 0,4; 4-metilfenazon kb. 0,5.

Rendszeralkalmasság: *b)* összehasonlító oldat:

- *csúcsfelbontás:* legalább 4,0 az A-szennyező és a 4-metilfenazon csúcsa között.

Követelmények:

- *egyedi határértékhez nem kötött (nem specifikált) szennyezők:* csúcsterületük egyenként nem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területe (0,1%);
- *szennyezők összesen:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének kétszerese (0,2%).
- *elhanyagolási határ:* az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének fele (0,05%).

Nehézfémek (2.4.8/H): legfeljebb 10 ppm. 1,0 g anyagot vizsgálunk. Az összehasonlító oldatot 1 ml *R ólom–mértékoldattal* (10 ppm Pb) készítjük.

Szárítási veszteség (2.2.32): legfeljebb 0,5%. Az anyag 1,000 g-ját 4 órán keresztül vákuumban 60 °C-on szárítjuk.

Szulfáthamu (2.4.14): legfeljebb 0,1%. Az anyag 0,5 g-ját vizsgáljuk.

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Az anyag 0,200 g-ját 10 ml *R vízmentes ecetsavban* oldjuk, majd az oldatot 75 ml *R diklóretánnal* elegyítjük. Az oldatot, potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M *perklórsav–mérőoldattal* titráljuk.

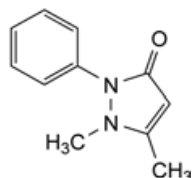
1 ml 0,1 M *perklórsav–mérőoldattal* 23,03 mg C₁₄H₁₈N₂O egyenértékű.

ELTARTÁS

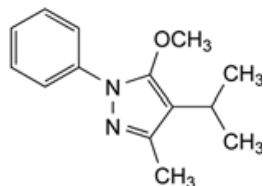
Fénytől védve.

SZENNYEZŐK

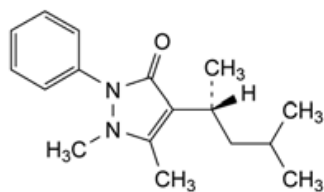
Egyéb kimutatható szennyezők (a következő szennyezők a cikkely valamelyik vizsgálatával kimutathatók, ha bizonyos határon felüli mennyiségben vannak jelen. Határértéküket az egyéb/egyedi határértékhez nem kötött (nem specifikált) szennyezőkre vonatkozó általános követelmény és/vagy a *Gyógyszeranyagok* (2034) általános cikkely előírásai határozzák meg. Ezért ezeket a szennyezőket nem szükséges a megfelelés bizonyítása céljából azonosítani. Lásd még a *Gyógyszeranyagok szennyezésvizsgálata* (5.10) című általános fejezetet): A, B, C.



A. 1,5-dimetil-2-fenil-1,2-dihidro-3*H*-pirazol-3-on (fenazon),



B. 5-metoxi-3-metil-4-(1-metiletil)-1-fenil-1*H*-pirazol,



és enantiomere

C. 4-[(1*RS*)-1,3-dimetilbutil]-1,5-dimetil-2-fenil-1,2-dihidro-3*H*-pirazol-3-on.