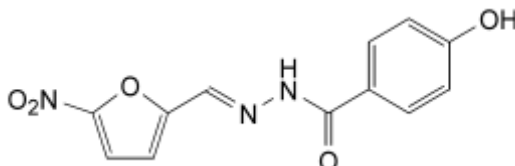


04/2008:1999

**NIFUROXAZIDUM**

Nifuroxazid



C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>  
[965-52-6]

M<sub>r</sub> 275,2

**DEFINÍCIÓ**

4-Hidroxi-*N'*-[(*E*)-(5-nitrofurán-2-il)metilidén]benzohidrazid.

*Tartalom*: 98,5–101,5% (száritott anyagra).

**SAJÁTSÁGOK**

*Küllem*: élénk sárga színű, kristályos por.

*Oldékonyság*: vízben gyakorlatilag nem oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik; diklórmétánban gyakorlatilag nem oldódik.

**AZONOSÍTÁS**

Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).

*Összehasonlítás*: CRS nifuroxaziddal.

**VIZSGÁLATOK**

**Fajlagos abszorpciós koefficiens** (2.2.25): 940–1000, a 367 nm-es abszorpciós maximumon mérve.

Az anyag 10,0 mg-ját fénytől védett helyen 10 ml *R etilénlikol-monometil-éterben* oldjuk, majd az oldatot *R metanollal* 100,0 ml-re hígítjuk. Az így kapott oldat 5,0 ml-ét *R metanollal* 100,0 ml-re hígítjuk.

**A-szennyező**: legfeljebb 0,05%.

*Vizsgálati oldat (a).* A vizsgálandó anyag 1,0 g-ját *R dimetil-szulfoxiddal* 10,0 ml-re oldjuk.

*Vizsgálati oldat (b).* Az *a*) vizsgálati oldat 5,5 ml-éhez kevertetés közben 50,0 ml *R vizet* elegyítünk. Az elegyet 15 percig állni hagyjuk, majd megsűrjük.

*Összehasonlító oldat.* Az *a*) vizsgálati oldat 0,5 ml-éhez *R 4-hidroxibenzohidrazid* (A-szennyező) *R dimetil-szulfoxiddal* készített 50 mg/l-es oldatának 5,0 ml-ét elegyítjük, majd kevertetés közben 50,0 ml *R vizet* adunk hozzá. Az így kapott elegyet 15 percig állni hagyjuk, majd megsűrjük.

A *b*) vizsgálati oldat és az összehasonlító oldat 10,0–10,0 ml-éhez egyaránt 0,5 ml *R foszfor-molibdén-volfrámsav-reagenst* és 10,0 ml *R nátrium-karbonát-oldatot* elegyítünk. Az elegyeket 1 órán át állni hagyjuk. A két elegy abszorbanciáját 750 nm-en mérjük. A *b*) vizsgálati oldatból nyert elegy abszorbanciája (2.2.25) nem lehet nagyobb, mint az összehasonlító oldatból nyert elegyé.

**Rokon vegyületek.** Folyadékkromatográfia (2.2.29). Ha nincs más előírás, barna színű mérőlombikokat használunk.

*Oldószerelegy:* *R acetonitril* – *R víz* (40+60 *V/V*).

*Vizsgálati oldat.* 10,0 mg vizsgálandó anyagot, legfeljebb 5 percig tartó ultrahangos kezelés segítségével, az oldószerelegyben oldunk, majd az oldatot az oldószereleggyel 100,0 ml-re hígítjuk.

*Összehasonlító oldat (a).* 1,0 ml vizsgálati oldatot az oldószereleggyel 100,0 ml-re hígítunk. Ezen oldat 1,0 ml-ét az oldószereleggyel 10,0 ml-re hígítjuk.

*Összehasonlító oldat (b).* Az E-szennyező *in situ* előállítása céljából, színtelen mérőlombikban 5 mg vizsgálandó anyagot, 5 perces ultrahangos kezelést alkalmazva, az oldószereleggyel 50 ml-re oldunk. Az oldatot 1 órán át szórt, nappali fényen hagyjuk állni.

*Összehasonlító oldat (c).* 5,0 mg *CRS metil-parahidroxibenzoátot* (B-szennyező) az oldószereleggyel 100,0 ml-re oldunk. Ezen oldat 1,0 ml-ét az oldószereleggyel 100,0 ml-re hígítjuk.

Oszlop:

*méretei:*  $l = 0,25$  m,  $\emptyset = 4,6$  mm;

*állófázis:* *R kromatográfiás célra szánt, oktadecilszililezett szilikagél* (5  $\mu$ m-es gömbök);

– *hőmérséklet:* 10 °C.

*Mozgófázis:*

*A-mozgófázis:* *R tetrahidrofurán* – *R víz* (5+95 *V/V*);

*B-mozgófázis:* *R acetonitril*;

Idő (perc)	A-mozgófázis (% <i>V/V</i> )	B-mozgófázis (% <i>V/V</i> )
---------------	---------------------------------	---------------------------------

Nifuroxazidum		Ph.Hg.VIII. – Ph.Eur.6.1 - 3
0 – 10	67	33
10 – 30	67 → 43	33 → 57

*Áramlási sebesség:* 1,0 ml/perc.

*Detektálás:* spektrofotométerrel, 280 nm-en.

*Injektálás:* 50 µl.

*Relatív retenció* a nifuroxazidra (retenció ideje kb. 8 perc) vonatkozóan: A-szennyező (keto-enol tautomerek) kb. 0,36 és 0,39; E-szennyező kb. 0,9; B-szennyező kb. 1,2; C-szennyező kb. 2,6; D-szennyező kb. 3,4.

*Rendszeralkalmasság:* b) összehasonlító oldat:

*csúcsfelbontás:* legalább 2,0, az E-szennyező és a nifuroxazid között.

*Követelmények:*

*E-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének háromszorosa (0,3%);

*B-, C-, D-szennyező:* csúcsterületük egyenként nem lehet nagyobb, mint a c) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,6-szerese (0,3%), és közülük legfeljebb 1 csúcs területe lehet nagyobb, mint a c) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,2-szerese (0,1%);

*egyedi határértékhez nem kötött (nem-specifikált) szennyezők:* csúcsterületük egyenként nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területe (0,10%);

*összes szennyező, az E-szennyező kivételével:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint a c) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területe (0,5%);

*elhanyagolási határ:* a c) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének tizedrésze (0,05%); az A-szennyezőnek megfelelő csúcsokat nem vesszük figyelembe.

**Nehézfémek** (2.4.8/D): legfeljebb 20 ppm.

1,0 g anyagot vizsgálunk. Az összehasonlító oldatot 2 ml R ólom-mértékoldattal (10 ppm Pb) készítjük.

**Szárítási veszteség** (2.2.32): legfeljebb 0,5%. Az anyag 1,000 g-ját 3 órán át, szárítószekrényben 105 °C-on szárítjuk.

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

## TARTALMI MEGHATÁROZÁS

0,200 g anyagot, szükség esetén melegítéssel, 30 ml *R dimetilformamid*ban oldunk. Az oldatot 20 ml *R víz*zel elegyítjük, majd potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

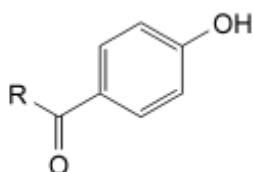
1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 27,52 mg  $C_{12}H_9N_3O_5$  egyenértékű.

## ELTARTÁS

Fénytől védve.

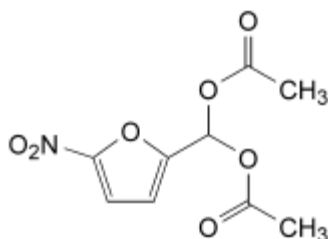
## SZENNYEZŐK

Egyedi határértékhez kötött (specifikált) szennyezők: A, B, C, D, E.

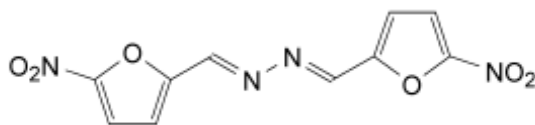


A.  $R = NH-NH_2$ : 4-hidroxibenzohidrazid (*p*-hidroxibenzohidrazid),

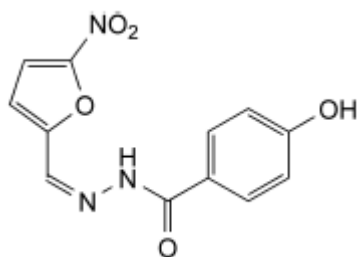
B.  $R = OCH_3$ : metil-4-hidroxibenzoát (metil-parahidroxibenzoát),



C. (5-nitrofuran-2-il)metándiil-diacetát,



D. 1,2-bisz[(E)-(5-nitrofuran-2-il)metilidén]hidrazin (5-nitrofurfurál-azin),



E. 4-hidroxi-*N'*-[(*Z*)-(5-nitrofurán-2-il)metilidén]benzohidrazid.