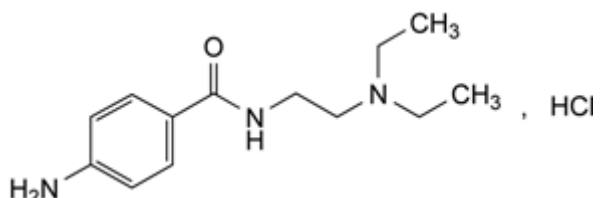


PROCAINI HYDROCHLORIDUM

Prokain-hidroklorid



C₁₃H₂₁ClN₂O₂
[51-05-8]

M_r 272,8

DEFINÍCIÓ

A prokain-hidroklorid szárított anyagra vonatkoztatott [2-(diethylamino)etil-4-aminobenzoát]-hidroklorid-tartalma 99,0–101,0%.

SAJÁTSÁGOK

Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy szintelen kristályok. Vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban oldódik.

AZONOSÍTÁS

Első azonosítás: A, B, E.

Második azonosítás: A, C, D, E, F.

A. Olvadáspont (2.2.14): 154–158 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálatot végzünk (2.2.24). Az anyag spektrumát a *CRS prokain-hidroklorid* spektrumával hasonlítjuk össze.

C. Kb. 5 mg anyagot 0,5 ml *R füstölgő salétromsavval* vízfürdőn szárazra párologtatunk. Lehülés után a maradékot 5 ml *R acetonban* oldjuk. 1 ml *alkoholos 0,1 M kálium-hidroxid-oldat* hozzáadása csak barnászörös színeződést idéz elő az oldatban.

D. 0,2 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 2 ml *R vizet* és 0,5 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk. Az összerázott oldathoz *R kálium-permanganát* 1 g/l töménységű oldatának 1 ml-ét elegyítjük. Az oldat azonnal elszíntelenedik.

E. A kloridion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

F. Az aromás primer aminok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. Az S oldat 1 ml-ét *R vízzel* 100 ml-re hígítjuk és az így nyert oldat 2 ml-ét vizsgáljuk.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 2,5 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 50 ml-re oldunk.

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

pH (2.2.3): 5,0–6,5. Az S oldat 4 ml-ét *R szén-dioxid-mentes vízzel* 10 ml-re hígítjuk és az így nyert oldatot vizsgáljuk.

Rokon vegyületek. Vékonyréteg-kromatográfias vizsgálatot végzünk (2.2.27). Réteganyagként *R szilikagél GF₂₅₄*-et használunk.

Vizsgálati oldat. A vizsgálandó anyag 1,0 g-ját *R vízzel* 10 ml-re oldjuk.

Összehasonlító oldat. 50 mg *R 4-aminobenzoésavat R vízzel* 100 ml-re oldunk. Az oldat 1 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

Az oldatokból 5–5 µl-t viszünk fel a rétegre. A kromatogramokat, 4 térfogatrész *R tömény ecetsav*, 16 térfogatrész *R hexán* és 80 térfogatrész *R dibutil-éter* elegyével, 10 cm-es fronttávolság eléréséig kifejlesztjük. A lemezt 10 percig 100–105 °C-on szárítjuk, majd 254 nm-es ultraibolya fényben értékeljük. A vizsgálati oldat kromatogramján – a főfolt kivételével – egy folt sem lehet intenzívebb, mint az összehasonlító oldat kromatogramján látható folt (0,05%). A vizsgálati oldat kromatogramján a főfolt a startponton marad.

Nehézfémek (2.4.8/E): legfeljebb 5 ppm. 1,0 g anyagot *R vízzel* 25,0 ml-re oldunk. Előszűrést alkalmazunk és az így nyert szüredék 10 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 5 ml *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm *Pb*) készítjük.

Szárítási veszteség (2.2.32): legfeljebb 0,5%. Az anyag 1,00 g-ját szárítószekrényben 105 °C-on szárítjuk.

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

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

0,400 g anyagot 50 ml *R hígított sósavban* oldunk. Az oldatot az *Aromás primer aminocsoport meghatározása* (2.5.8) fejezetben leírtak szerint titráljuk.

1 ml 0,1 M *nátrium-nitrit-mérőoldattal* 27,28 mg C₁₃H₂₁ClN₂O₂ egyenértékű.

ELTARTÁS

Fénytől védve.