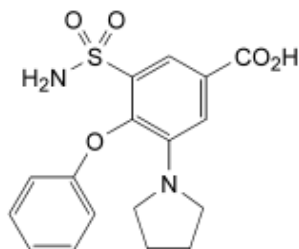


PIRETANIDUM

Piretanid



C₁₇H₁₈N₂O₅S
[55837-27-9]

M_r 362,4

DEFINÍCIÓ

4-fenoxi-3-(pirrolidin-1-il)-5-szulfamoilbenzoesav.

Tartalom: 99,0–101,0% (szárított anyagra).

SAJÁTSÁGOK

Küllem: sárgásfehér – sárgás por.

Oldékonyság: vízben alig oldódik; vízmentes etanolban mérsékelten oldódik.

Polimorfíára hajlamos (5.9).

AZONOSÍTÁS

Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).

Összehasonlítás: CRS piretaniddal.

Amennyiben a kapott spektrumok eltérőek, a vizsgálandó anyagot és a referenciaanyagot külön-külön *R acet*onban oldjuk, az oldatokat szárazra párologtatjuk, majd a maradékokból a spektrumokat újból felvesszük.

VIZSGÁLATOK

Az oldat külleme. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a ZS₄ szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

0,1 g anyagot *R metan*ollal 10 ml-re oldunk.

Rokon vegyületek. Folyadékkromatográfia (2.2.29).

*Oldószer*elegy. *R vízmentes etanol* – *R acet*onitril – *R víz* (10+45+45 V/V).

Vizsgálati oldat. 20 mg vizsgálandó anyagot az oldószerkeleggyel 20,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (a). 10 mg CRS piretanidot és 3 mg CRS piretanid-A-szennyezőt az oldószerkeleggyel 10,0 ml-re oldunk.

Összehasonlító oldat (b). 0,3 ml vizsgálati oldatot az oldószerkeleggyel 100,0 ml-re hígítunk.

Oszlop:

- *méretei:* $l = 0,125$ m, $\varnothing = 4$ mm,
- *állófázis:* R kromatográfiás célra szánt oktilszililezett szilikagél (5 μ m).

Mozgófázis: 35 térfogatrész R acetonitril és a következő összetételű oldat 65 térfogatrészének elegye: 500 ml R kromatográfiás célra szánt vízhez 1 ml R trifluorecetsavat, majd 1 ml R trietilamint mérünk, végül az oldatot R vízzel 1000 ml-re hígítjuk.

Áramlási sebesség: 1 ml/perc.

Detektálás: spektrofotométerrel, 232 nm-en.

Injektálás: 10 μ l.

Kromatografálási idő: a piretanid retenciós idejének 5-szöröse.

Szennyezők azonosítása: az A-, B- és C-szennyező csúcsát a CRS rendszeralkalmassági vizsgálatra szánt piretanidhoz mellékelt kromatogram és az a) összehasonlító oldat kromatogramja segítségével azonosítjuk.

Relatív retenció a piretanidra (retenciós idő kb. 10 perc) vonatkoztatva: A-szennyező: kb. 0,8; B-szennyező: kb. 3,1; C-szennyező: kb. 4,1.

Rendszeralkalmasság: a) összehasonlító oldat:

- *csúcsfelbontás:* legalább 2, az A-szennyező és a piretanid csúcs között.

Követelmények:

- *A-, B-, C-szennyező:* csúcsterületük egyenként nem lehet nagyobb, mint a főcsúcs területe a b) összehasonlító oldat kromatogramján (0,3%);
- *egyedi határértékhez nem kötött (nem specifikált) szennyezők:* csúcsterületük egyenként nem lehet nagyobb, mint a b) összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcs területének egyharmada (0,10%);
- *szennyezők összesen:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint a b) összehasonlító oldat kromatogramján a főcsúcs területének 3,33-szorosa (1,0%);
- *elhanyagolási határ:* a b) összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcs területének 0,17-szorosa (0,05%).

Nehézfémek (2.4.8/C): legfeljebb 10 ppm.

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

Szárítási veszteség (2.2.32): legfeljebb 0,5%. 1,000 g anyagot szárítószekrényben 4 órán keresztül 105 °C-on szárítunk.

Szulfáthamu (2.4.14): legfeljebb 0,1%. 1,0 g anyagot vizsgálunk.

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Az anyag 0,300 g-ját 25 ml *R vízmentes ecetsav*ban oldjuk. Az oldatot, potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M perklórsav–mérőoldattal titráljuk.

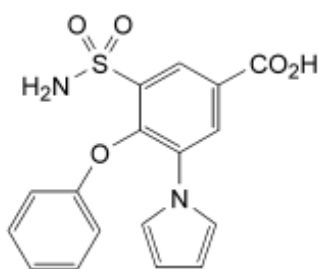
1 ml 0,1 M perklórsav–mérőoldattal 36,24 mg $C_{17}H_{18}N_2O_5S$ egyenértékű.

ELTARTÁS

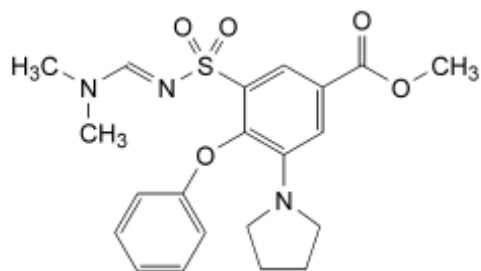
Fénytől védve.

SZENNYEZŐK

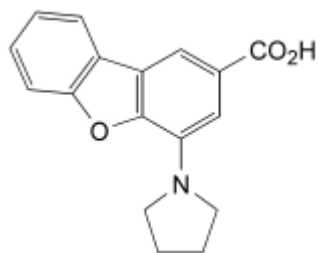
Egyedi határértékhez kötött (specifikált) szennyezők: A, B, C.



A. 4-fenoxi-3-(1*H*-pirrol-1-il)-5-szulfamoilbenzoesav,



B. metil-[3-[[[(dimetilamino)metilidén]szulfamoil]-4-fenoxi-5-(pirrolidin-1-il)benzoát],



C. 4-(pirrolidin-1-il)dibenzo[*b,d*]furán-2-karbonsav.