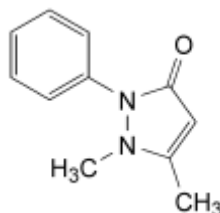


01/2010:0421

**PHENAZONUM**

Fenazon



C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O  
[60-80-0]

M<sub>r</sub> 188,2

## DEFINÍCIÓ

1,5-Dimetil-2-fenil-1,2-dihidro-3H-pirazol-3-on.

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

## SAJÁTSÁGOK

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve szintelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben, etanolban (96%) és diklórmetánban nagyon bőségesen oldódik.

## AZONOSÍTÁS

*Első azonosítás:* A, B.

*Második azonosítás:* A, C, D.

A. Olvadáspont (2.2.14): 109–113 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).

*Összehasonlítás:* CRS fenazonnal.

C. 1 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 4 ml R vizet és 0,25 ml R hígított kénsavat, majd 1 ml R nátrium-nitrit-oldatot elegyítünk. Az oldat zöldre színeződik.

- D. 1 ml S oldathoz 4 ml R vizet és 0,5 ml R2 vas(III)-klorid-oldatot adunk. Vörös színeződés keletkezik, amely R hígított kénsav hozzáadására eltűnik.

#### 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 színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 10 ml S oldathoz 0,1 ml R fenolftalein-oldatot adunk. Az oldat színtelen legyen, de 0,2 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól pirosra színeződjék. 0,25 ml R metilvörös-oldat és 0,4 ml 0,01 M sósav-mérőoldat hozzáadására az oldat vörös vagy sárgászörös legyen

**Rokon vegyületek.** Folyadékkromatográfia (2.2.29).

*Vizsgálati oldat.* 50,0 mg vizsgálandó anyagot a mozgófázissal 100,0 ml-re oldunk.

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

*Összehasonlító oldat (b).* 5 mg CRS fenazon-A-szennyező mozgófázissal készült oldatához 10 ml vizsgálati oldatot adunk, majd az így kapott oldatot a mozgófázissal 20,0 ml-re hígítjuk. Ezen oldat 1,0 ml-ét a mozgófázissal 50,0 ml-re hígítjuk.

*Összehasonlító oldat (c).* 5,0 mg CRS fenazon-A-szennyezőt a mozgófázissal 20,0 ml-re oldunk. Az oldat 1,0 ml-ét a mozgófázissal 100,0 ml-re hígítjuk. Ezen oldat 1,0 ml-ét a mozgófázissal 10,0 ml-re hígítjuk.

*Oszlop:*

- *méretei:*  $l = 0,15$  m,  $\varnothing = 6,0$  mm;
- *állófázis:* R kromatográfias célra szánt, oktadecilszililezett szilikagél (5  $\mu$ m-es gömbök).

*Mozgófázis:* 6,8 g R kálium-dihidrogén-foszfátot R vízzel 1000 ml-re oldunk. 2 ml R trietilamin hozzáadása után az oldat pH-ját R nátrium-hidroxid-oldattal 7,0-ra állítjuk be, majd az oldathoz 430 ml R metanolt elegyítünk.

*Áramlási sebesség:* 1,0 ml/perc.

*Detektálás:* spektrofotométerrel, 254 nm-en.

*Injektálás:* 10  $\mu$ l.

*Kromatografálási idő:* a fenazon retenciós idejének 3-szorosa.

*Relatív retenció* a fenazonra (retenciós ideje kb. 13 perc) vonatkoztatva: A-szennyező kb. 0,8.

*Rendszeralkalmasság: b) összehasonlító oldat:*

- *csúcsfelbontás:* legalább 3,0, az A-szennyező és a fenazon között.

*Követelmények:*

- *A-szennyező:* csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint a *c)* összehasonlító oldat kromatogramján a megfelelő csúcs területe (0,05%);
- *egyedi határértékhez nem kötött (nem specifikált) szennyezők:* egyikük csúcsterülete sem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,5-szerese (0,05%);
- *összes szennyező:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területe (0,1%);
- *elhanyagolási határ:* az *a)* összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,3-szerese (0,0%).

**Klorid (2.4.4):** legfeljebb 100 ppm.

10 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát (2.4.13):** legfeljebb 100 ppm.

1,5 g anyagot *R desztillált vízzel* 15 ml-re oldunk.

**Nehézfémelek (2.4.8/A):** legfeljebb 20 ppm.

Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb) készítjük.

**Szárítási veszteség (2.2.32):** legfeljebb 1,0%. Az anyag 1,000 g-ját vákuumban 60 °C-on 6 órán át szárítjuk.

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

## TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Az anyag 0,150 g-ját 20 ml *R vízben* oldjuk. Az oldathoz 2 g *R nátrium-acetátot* és 25,0 ml 0,05 M *jód-mérőoldatot* mérünk, majd fénytől védett helyen 30 percig állni hagyjuk. 25 ml *R diklórmetánt* elegyítünk hozzá és addig rázogatójuk, míg a csapadék fel nem oldódik. Az oldatot, 1 ml *R keményítő-oldatot* alkalmazva indikátorként, 0,1 M *nátrium-tioszulfát-mérőoldattal* titráljuk. Az indikátor-oldatot a titrálás vége felé adjuk az oldathoz. Üres kísérletet is végzünk.

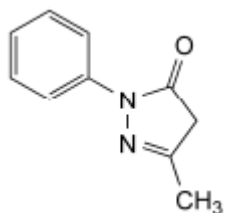
1 ml 0,05 M *jód-mérőoldattal* 9,41 mg C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O egyenértékű.

## ELTARTÁS

Fénytől védve.

### SZENNYEZŐK

*Egyedi határértékhez kötött (specifikált) szennyezők: A.*



A. 5-metil-2-fenil-2,4-dihidro-3H-pirazol-3-on.