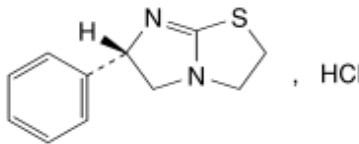


04/2009:0726

LEVAMISOLI HYDROCHLORIDUM

Levamisol-hidroklorid



C₁₁H₁₃ClN₂S
[16595-80-5]

M_r 240,8

DEFINÍCIÓ

[(6S)-6-Fenil-2,3,5,6-tetrahydroimidazo[2,1-*b*]tiazol]–hidroklorid.

Tartalom: 98,5–101,0% (szárított anyagra).

SAJÁTSÁGOK

Küllem: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

Oldékonyság: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik; diklórmetánban kevésbé oldódik.

AZONOSÍTÁS

- Fajlagos optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).
- Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).
Összehasonlítás: CRS levamisol-hidrokloriddal.
- A kloridion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 2,50 g anyagot *R szén-dioxid-mentes* vízzel 50,0 ml-re oldunk.

Az oldat külleme. Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S₇ szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

pH (2.2.3): 3,0 – 4,5. Az S oldatot vizsgáljuk.

Fajlagos optikai forgatóképesség (2.2.7): –121 és –128 között (szárított anyagra). Az S oldatot vizsgáljuk.

Rokon vegyületek. Folyadékkromatográfia (2.2.29).

Az oldatokat közvetlenül a felhasználás előtt készítjük, fénytől védve, 25 °C-ot meg nem haladó hőmérsékleten tartjuk.

Vizsgálati oldat. A vizsgálandó anyag 0,100 g-ját *R metanol*ban oldjuk, majd az oldatot 1,0 ml *R tömény ammónia*-oldattal elegyítjük, és *R metanollal* 10,0 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (a). 50 mg *CRS rendszeralkalmassági vizsgálatra szánt levamizol-hidrokloridot* (A-, B-, C-, D- és E-szennyezőket tartalmaz) *R metanol*ban oldunk, az oldatot 0,5 ml *R tömény ammónia*-oldattal elegyítjük, majd *R metanollal* 5,0 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (b). A vizsgálati oldat 1,0 ml-ét *R metanollal* 100,0 ml-re hígítjuk. Az így készült oldat 5,0 ml-ét *R metanollal* 25,0 ml-re hígítjuk.

Oszlop:

- *méretei:* $l = 0,10$ m, $\varnothing = 4,6$ mm,
- *állófázis:* R kromatográfias célra szánt, dezaktivált, oktadecilszililezett szilikagél (3 μ m).

Mozgófázis:

- *A-mozgófázis:* 0,5 g *R ammónium-dihidrogén-foszfátot* 90 ml *R víz*ben oldunk; az oldat pH-ját *R nátrium-hidroxid* 40 g/l töménységű oldatával 6,5-re állítjuk be, majd térfogatát *R vízzel* 100 ml-re kiegészítjük.
- *B-mozgófázis:* R acetonitril,

Idő (perc)	A-mozgófázis (% V/V)	B-mozgófázis (% V/V)
0 – 8	90 → 30	10 → 70
8 – 10	30	70

Áramlási sebesség: 1,5 ml/perc.

Detektálás: spektrofotométerrel, 215 nm-en.

Egyensúly beállítás: legalább 4 percig a mozgófázis kezdeti összetételével.

Injektálás: 10 µl.

Szennyezők azonosítása: az A-, B-, C-, D- és E- szennyező csúcsát a CRS rendszeralkalmassági vizsgálatra szánt levamizol-hidrokloridhoz mellékelt kromatogram és az e) összehasonlító oldat kromatogramjának felhasználásával azonosítjuk.

Relatív retenció a levamizolra (retenciós idő kb. 3 perc) vonatkoztatva: A-szennyező kb. 0,9; B-szennyező kb. 1,4; C-szennyező kb. 1,5; D-szennyező kb. 1,6; E-szennyező kb. 2,0.

Rendszeralkalmasság:

- az a) összehasonlító oldattal kapott kromatogram egyezzen meg a CRS rendszeralkalmassági célra szánt levamizol-hidrokloridhoz mellékelt kromatogrammal.
- *szimmetriafaktor:* legfeljebb 3,5 a b) összehasonlító oldat kromatogramján található főcsúcsra vonatkozóan.

Követelmények:

- *korrekciós faktorok:* a tartalom meghatározásához a következő szennyezők csúcsainak területét a megfelelő korrekciós faktorokkal szorozzuk: A-szennyező = 2,0; B-szennyező = 1,7; C-szennyező = 2,9; D-szennyező 1,3; E-szennyező = 2,7,
- A-, B-, C-, D- és E-szennyező: területük egyenként nem lehet nagyobb, mint a b) összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcs területe (0,2%),
- *Egyedi határértékhez nem kötött (nem specifikált) szennyezők egyenként:* csúcsterületük nem lehet nagyobb, mint a b) összehasonlító oldat kromatogramján megjelenő főcsúcs területének fele (0,1%),
- *összes szennyező:* csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint a b) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 1,5-szerese (0,3%),
- *elhanyagolási határ:* a b) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,25-szorosa (0,05%).

Nehézfémek (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 0,5%. 1,000 g anyagot szárítószekrényben, 105 °C-on 4 órán keresztül szárítunk.

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

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

Az anyag 0,200 g-ját 30 ml *R etanolban* (96%) oldjuk, majd az oldatot 5,0 ml 0,01 M sósav-mérőoldattal elegyítjük. Az oldatot, potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk. Leolvassuk a két inflexiós pont közötti mérőoldat-fogyást.

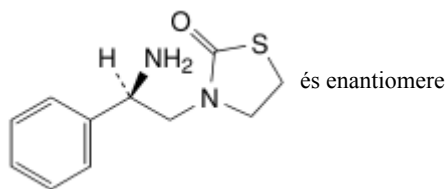
1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 24,08 mg $C_{11}H_{13}ClN_2S$ egyenértékű.

ELTARTÁS

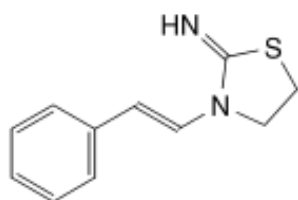
Fénytől védve.

SZENNYEZŐK

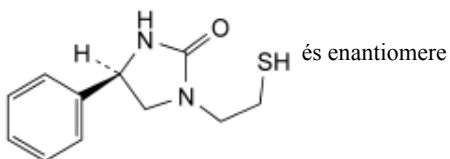
Egyedi határértékhez kötött (specifikált)szennyezők: A, B, C, D, E.



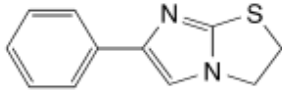
A. 3-[(2RS)-2-amino-2-feniletíl]tiazolidin-2-on,



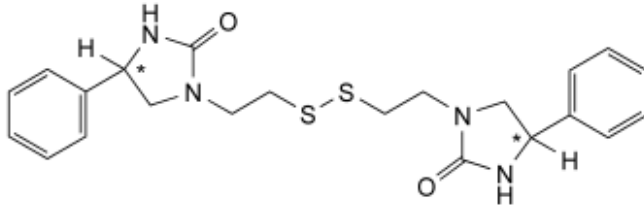
B. 3-[(E)-2-fenileténil]tiazolidin-2-imin,



C. (4RS)-4-fenil-1-(2-szulfaniletíl)imidazolidin-2-on,



D. 6-fenil-2,3-dihidroimidazo[2,1-*b*]tiazol,



E. 1,1'-[(diszulfán-1,2-diil)bisz(etilén)]bisz[(4*RS*)-4-fenilimidazolidin-2-on].