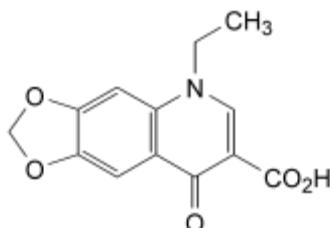


07/2009:1353

ACIDUM OXOLINICUM

Oxolinsav



C₁₃H₁₁NO₅
[14698-29-4]

M_r 261,2

DEFINÍCIÓ

Az oxolinsav szárított anyagra vonatkoztatott 5-etil-8-oxo-5,8-dihidro-1,3-dioxolo[4,5-g]kinolin-7-karbonsav-tartalma 98,0–102,0%.

SAJÁTSÁGOK

Küllem: csaknem fehér vagy halványsárga, kristályos por.

Oldékonyság: vízben gyakorlatilag nem oldódik; diklórometánban alig oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Híg alkálilúgok oldják.

AZONOSÍTÁS

Első azonosítás: B.

Második azonosítás: A, C.

A. Abszorpciós spektrofotometria az ultraibolya és látható színek tartományában (2.2.25)

Vizsgálat oldat: 25,0 mg anyagot, vízfürdőn melegítve, 5 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldatban oldunk. Az oldatot hagyjuk lehűlni, majd R metanollal 100,0 ml-re hígítjuk. Az oldat 2,0 ml-ét 0,1 M sósavval 100,0 ml-re hígítjuk.

Hullámhossztartomány: 220-350 nm.

Abszorpciós maximumok: 260, 322 és 336 nm.

Abszorbancia arány: A_{260}/A_{336} :4,9-5,2

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás (2.2.24).

Mintakészítés: pasztilla

Összehasonlítás: CRS oxolinsavval.

C. Vékonyréteg-kromatográfia (2.2.27).

Vizsgálati oldat. 10 mg vizsgálandó anyagot 3 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatban oldunk, majd az oldatot *R* etanollal (96%) 20 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (a). 10 mg CRS oxolinsavat 3 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatban oldunk, majd az oldatot *R* etanollal (96%) 20 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (b). 5 mg CRS ciprofloxacín-hidrokloridot *R* metanollal 10 ml-re oldunk. 1 ml oldatot az a) összehasonlító oldattal 2 ml-re hígítunk.

Lemez: *R* VRK szilikagél lemez.

Kifejlesztőszer: *R* acetonitril– *R* tömény ammónia-oldat–*R* metanol–*R* diklórmetán (10+20+40+40 *V/V*).

Felvitel: 10 µl.

Kifejlesztés: A kromatografáló kamra aljára 50 ml *R* tömény ammónia-oldatot tartalmazó bepárlótálat helyezünk. A kamrát lefedjük és a lemezt 15 percig az ammónia-gőztérben tartjuk. A lemezt ezután kivesszük és egy másik kromatografáló kamrába helyezzük; a kifejlesztést 15 cm-es fronttávolság eléréséig végezzük.

Szárítás: levegőn.

Előhívás: 254 nm-es ultraibolya fényben.

Rendszeralkalmasság: b) összehasonlító oldat:

– a kromatogramon két, egymástól jól elkülönülő folt látható.

Követelmény: A vizsgálati oldat kromatogramjának főfoltja helyét, fluoreszcenciáját és méretét tekintve – egyezték meg az a) összehasonlító oldat kromatogramjának főfoltjával.

VIZSGÁLATOK

S oldat. 0,6 g anyagot *R nátrium-hidroxid* 40 g/l töménységű oldatával 20 ml-re oldunk.

Az oldat külleme. Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a B₇ szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

Rokon vegyületek. Vékonyréteg-kromatográfia (2.2.27).

Vizsgálati oldat. 0,10 g vizsgálandó anyagot 3 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldatban* oldunk, majd az oldatot *R etanollal (96%)* 10 ml-re hígítjuk.

Összehasonlító oldat (a). A vizsgálati oldat 1 ml-ét *R etanollal (96%)* 50,0 ml-re hígítjuk. A kapott oldat 1,0 ml-ét *R etanollal (96%)* 5,0 ml-re továbbhígítjuk.

Összehasonlító oldat (b). 2 mg *CRS oxolinsav-B-szennyezőt* *R etanollal (96%)* 10 ml-re oldunk. Ezen oldat 1,0 ml-ét *R etanollal (96%)* 10 ml-re továbbhígítjuk.

Összehasonlító oldat (c). 5 mg vizsgálandó anyagot és 5 mg *CRS oxolinsav-A-szennyezőt* 2 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldatban* oldunk, majd az oldatot *R etanollal (96%)* 40 ml-re hígítjuk.

Lemez: réteganyagként *R kromatográfias célra szánt cellulózt* használunk.

Kifejlesztőszer: *R ammónia-oldat* – *R víz* – *R 1-propanol (15+30+55 V/V)*

Felvitel: 5 µl, kis foltok elérése céljából az oldatokat kis részletekben visszük fel

Kifejlesztés: a lemezmagasság kétharmadáig.

Szárítás: levegőn.

Előhívás: 254 nm-es ultraibolya fényben.

Rendszeralkalmasság: c) összehasonlító oldat:

- a kromatogramon két, egymástól jól elkülönülő folt látható.

Követelmények:

- *B-szennyező:* a B-szennyezőnek megfelelő folt nem lehet intenzívebb a b) összehasonlító oldat kromatogramján látható foltnál (0,2%);
- *A-, és C-szennyező:* az A vagy a C-szennyezőnek megfelelő folt nem lehet intenzívebb az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható foltnál (0,4%).

Nehézfémek (2.4.8/D): 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 105 °C-on szárítunk.

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

TARTALMI MEGHATÁROZÁS

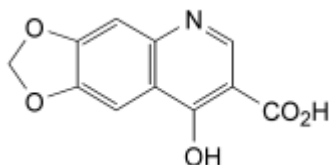
0,200 g anyagot 150 ml *R dimetilformamid*ban oldunk. Az oldatot, potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M *tetrabutilammónium-hidroxid-mérőoldattal* titráljuk. Üveg indikátor-elektrodot, kalomel összehasonlító-elektrodot használunk. Utóbbiban elektrolit-oldatként *R kálium-klorid R metanollal* készített, telített oldatát alkalmazzuk. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,1 M tetrabutilammónium-hidroxid-mérőoldattal 26,12 mg $C_{13}H_{11}NO_5$ egyenértékű.

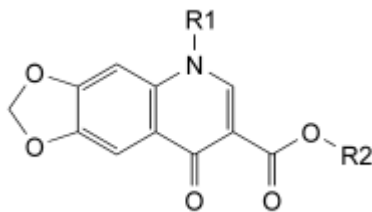
ELTARTÁS

Fénytől védve.

SZENNYEZŐK



A. 8-hidroxi-1,3-dioxolo[4,5-g]kinolin-7-karbonsav,



B. $R_1 = R_2 = C_2H_5$: etil-[5-etil-8-oxo-5,8-dihidro-1,3-dioxolo[4,5-g]kinolin-7-karboxilát],

C. R1 = CH₃, R2 = H : 5-metil-8-oxo-5,8-dihidro-1,3-dioxolo[4,5-g]kinolin-7-karbonsav.