

INFORME TÉCNICO

AZATIOPRINA

SUSTANCIA QUÍMICA DE REFERENCIA

Lote N° 1060

$C_9H_7N_7O_2S$

P. Mol: 277,3

6-[(1-Metil-4-nitro-1H-imidazol-5-il)tio]-1H-purina.

Descripción: polvo amarillo pálido.

Espectro de absorción infrarrojo:

Sustancia tal cual.

Disco de KBr.

Concentración: aproximadamente 1 mg de sustancia en 100 mg de KBr.

Equipo: espectrofotómetro FT-IR Perkin Elmer, modelo Spectrum 1000.

(Ver espectro adjunto).

Análisis Termogravimétrico: la pérdida de peso calculada a 150 °C fue de 0,11 % (Determinaciones efectuadas: 3; desviación estándar: 0,05).

Equipo: termoanalizador Mettler Toledo, modelo TG 50

Se emplearon crisoles de alúmina de 70 μ l, con tapa perforada.

Gas inerte: corriente de nitrógeno con un caudal de 60 ml/ minuto.

Temperatura inicial: 35 °C.

Temperatura final: 230 °C.

Velocidad de calentamiento: 10 °C/minuto.

Masa: alrededor de 10 mg.

Espectro de absorción ultravioleta:

Precauciones: no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

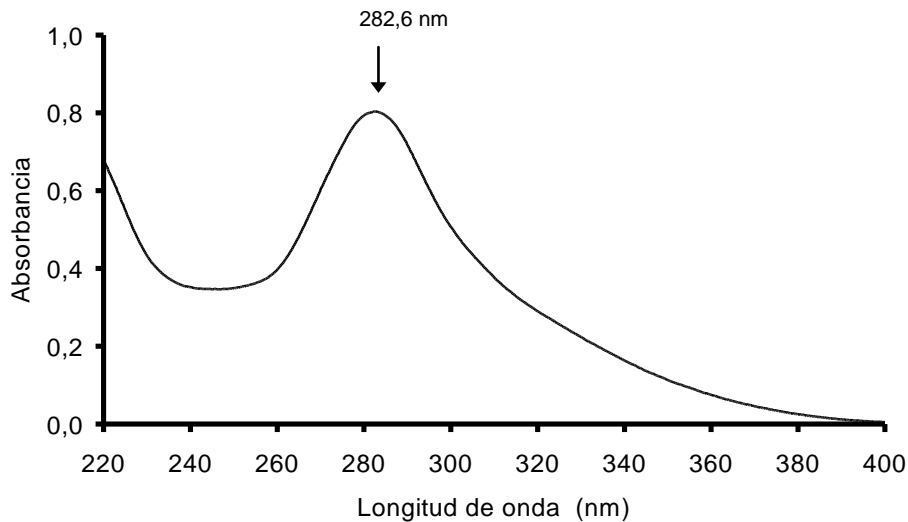
Concentración de la solución: 0,0013 % p/v en ácido clorhídrico 2 N.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 1.

Barrido UV entre 220 y 400 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2101 PC.



Absorbancia:

Concentración de la solución, disolvente, cubetas, slit, equipo y precauciones ídem espectro de absorción ultravioleta.

λ : 282,6 nm

$A = 0,799$ (Determinaciones efectuadas: 5; desviación estándar: 0,005).

Estimación de impurezas presentes por cromatografía en capa delgada:

Fase fija: cromatofolio de celulosa F₂₅₄, Merck Art. 5565.

Fase móvil: n-butanol saturado con hidróxido de amonio 6 N.

Disolvente: hidróxido de amonio 6 N.

Volúmen sembrado de las soluciones: 5 μ l.

Sustancia A (muestra): Azatioprina.

Concentración de la solución A₁: 20 mg/ml

Cantidad sembrada a₁: 100 μ g.

Concentración de la solución A₂: 0,2 mg/ml

Cantidad sembrada a₂: 1 μ g.

Concentración de la solución A₃: 0,1 mg/ml

Cantidad sembrada a₃: 0,5 μ g.

Solución B (testigo): Mercaptopurina.

Concentración de la solución B₁: 0,2 mg/ml

Cantidad sembrada b₁: 1 μ g.

Concentración de la solución B₂: 0,1 mg/ml

Cantidad sembrada b₂: 0,5 μ g.

Concentración de la solución B₃: 0,04 mg/ml

Cantidad sembrada b₃: 0,2 μ g.

Condiciones de desarrollo: cámara con recubrimiento interno de papel de filtro, saturada durante 1 hora.

Corrida de 14 cm a partir del punto de siembra.

Reveladores: luz UV de 254 y 366 nm, y vapores de yodo.

Resultado:

Rf de la mancha principal $\cong 0,40$

Rf de las manchas de las soluciones diluidas $\cong 0,56$

Rf de las manchas de los testigos de mercaptopurina $\cong 0,13$

Para las cantidades sembradas a₁, a₂, a₃, b₁, b₂ y b₃, con luz UV de 254 y 366 nm, se detectan las manchas correspondientes.

Para las cantidades sembradas a₁, b₁, b₂ y b₃, revelando con vapores de yodo, se detectan las manchas correspondientes.

Para la cantidad sembrada a₁) con luz UV de 254 y 366 nm y también revelando con vapores de yodo, no se detectan manchas secundarias. Consecuentemente la eventual presencia de la impureza mercaptopurina sería menor a 0,2 %.

Para la cantidad sembrada a₁) con luz UV de 254 y 366 nm, no se detectan manchas secundarias. Consecuentemente, la eventual presencia de cualquier otra impureza sería menor a 0,5 %.

Valoración: 100,4 %, calculado sobre la sustancia secada. (Determinaciones efectuadas: 87)

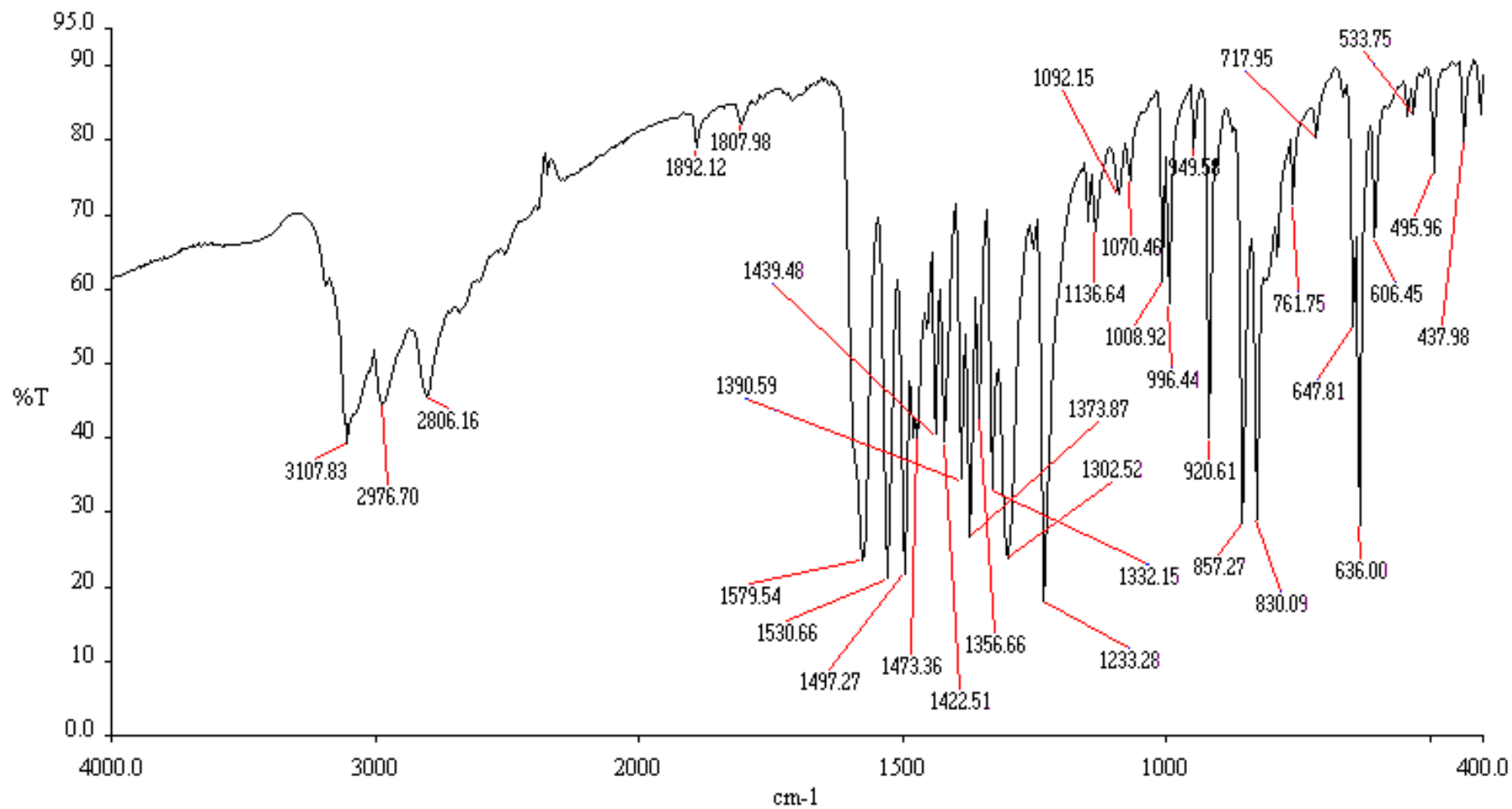
Método: titulación potenciométrica con solución de hidróxido de tetrabutilamonio 0,1 M.

Conservación: esta Sustancia de Referencia debe conservarse en envase herméticamente cerrado al abrigo de la luz, a una temperatura de 5 °C \pm 3 °C y en ambiente de baja humedad.

Uso

La Sustancia Química de Referencia Azatioprina está destinada exclusivamente a ser usada en ensayos y valoraciones químicas y no debe ser utilizada para consumo humano o animal. El riesgo y las eventuales consecuencias de su uso con propósitos diferentes al previsto será exclusiva responsabilidad del usuario.

Esta Sustancia de Química de Referencia proveniente de la Farmacopea Brasileña, ha sido reconocida por la ANMAT mediante Disposición N° 2604/2010.



Azatioprina – Sustancia de Referencia Farmacopea Brasileña – Farmacopea Argentina