

INFORME TECNICO

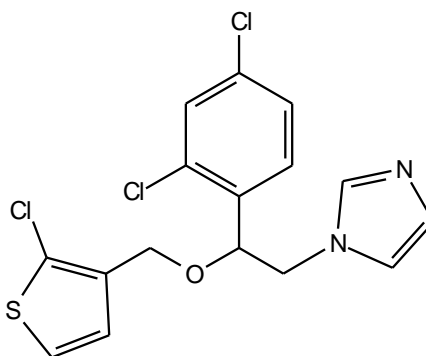
TIOCONAZOL

SUSTANCIA QUIMICA DE REFERENCIA CERTIFICADA

Lote N° 109003

Uso

La Sustancia Química de Referencia Certificada Tioconazol 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.



$C_{16}H_{13}Cl_3N_2OS$

P. Mol.: 387,7

1-[2-[(2-Cloro-3-tienil)metoxi]-2-(2,4-diclorofenil)etil]-1H-imida-zol.

Descripción: sólido cristalino casi blanco.

RESULTADOS CERTIFICADOS

Contenido de agua: 0,03 %.

(Determinaciones efectuadas: 16; desviación estándar: 0,01; cantidad de participantes: 3).

Método: Karl Fischer: titulación volumétrica directa y coulombimétrica.

Estimación de impurezas presentes por cromatografía líquida de alta eficacia:

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

Equipo: cromatógrafo líquido de alta eficacia.

Columna: C18; longitud 25 cm; diámetro interno 4,6 mm; diámetro de partícula 5,0 μ m.

Longitud de onda: 218 nm.

Temperatura: 35 °C.

Fase móvil: solución reguladora de pH 7,4 – metanol (30:70).

Preparación de la solución reguladora de pH 7,4: 1,7 g de sulfato ácido de tetrabutilamonio se diluyen a 800 ml con agua destilada, se ajusta a pH 7,4 \pm 0,05 con amoníaco al 5 % y se diluye a 1 litro.

Flujo: 1,5 ml/minuto.

Disolvente de la muestra y de los testigos: fase móvil.

Volumen inyectado: 20 μ l.

Muestra: Tioconazol

Concentración: 2 mg/ml.

Testigo: Tioconazol

Concentración: 0,004 mg/ml.

Resolución: impureza A, B, C y D y Tioconazol.

Concentración: 0,0064 mg/ml de cada impureza y 0,005 mg de Tioconazol.

Resultado: se detecta la presencia de cuatro impurezas.

	Tiempo de retención relativo	% promedio
Impureza D	0,18	no detectada
Impureza A	0,66	0,178
no identificada	0,82	0,028
Impureza B	1,89	0,060
Impureza C	2,01	0,099

Impurezas totales estimadas: 0,36 %

(Determinaciones efectuadas: 21; cantidad de participantes:4).

Valoración: 99,8 %, calculado sobre la sustancia anhidra.

(Determinaciones efectuadas: 19; coeficiente de variación: 0,21 %; cantidad de participantes: 3).

Método: titulación potenciométrica en medio no acuoso con solución de ácido perclórico 0,1 N.

Disolvente de la muestra: 50 ml de ácido acético glacial.

Precauciones: durante todo el procedimiento, no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

RESULTADOS COMPLEMENTARIOS

Espectro de absorción infrarrojo:

1 mg de Tioconazol en aproximadamente 100 mg de KBr.

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

(ver espectro adjunto)

Espectro de absorción ultravioleta:

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

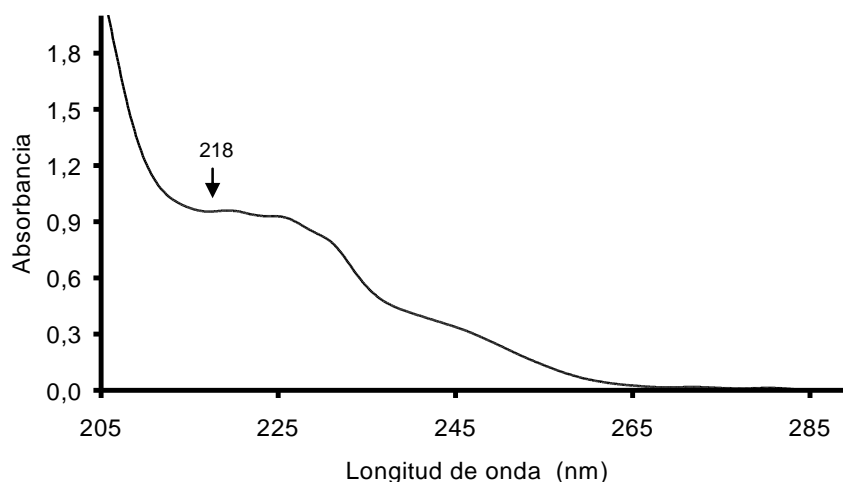
Concentración de la solución: 0,002 % p/v en solución reguladora de pH 7,4 y metanol (25:75).

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 1.

Barrido UV entre 200 y 300 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2101 PC.



Absorbancia:

Concentración de la solución, cubetas, slit, equipo y precauciones: ídem Espectro de absorción ultravioleta.

$A = 0,887$. Determinada a 218,0 nm y calculada con respecto a la sustancia anhidra (Determinaciones efectuadas: 10; desviación estándar: 0,006).

Límite de cloruro: contiene menos de 0,05 %.

Análisis térmico: la pureza estimada por Calorimetría Diferencial de Barrido, sobre la sustancia tal cual, fue de 98,70 moles %. (Determinaciones efectuadas: 6; coeficiente de variación: 0,03 %).

Equipo: termoanalizador Mettler Toledo, modelo DSC 821^e.

Se emplearon crisoles de aluminio de 40 μ l, herméticamente cerrados.

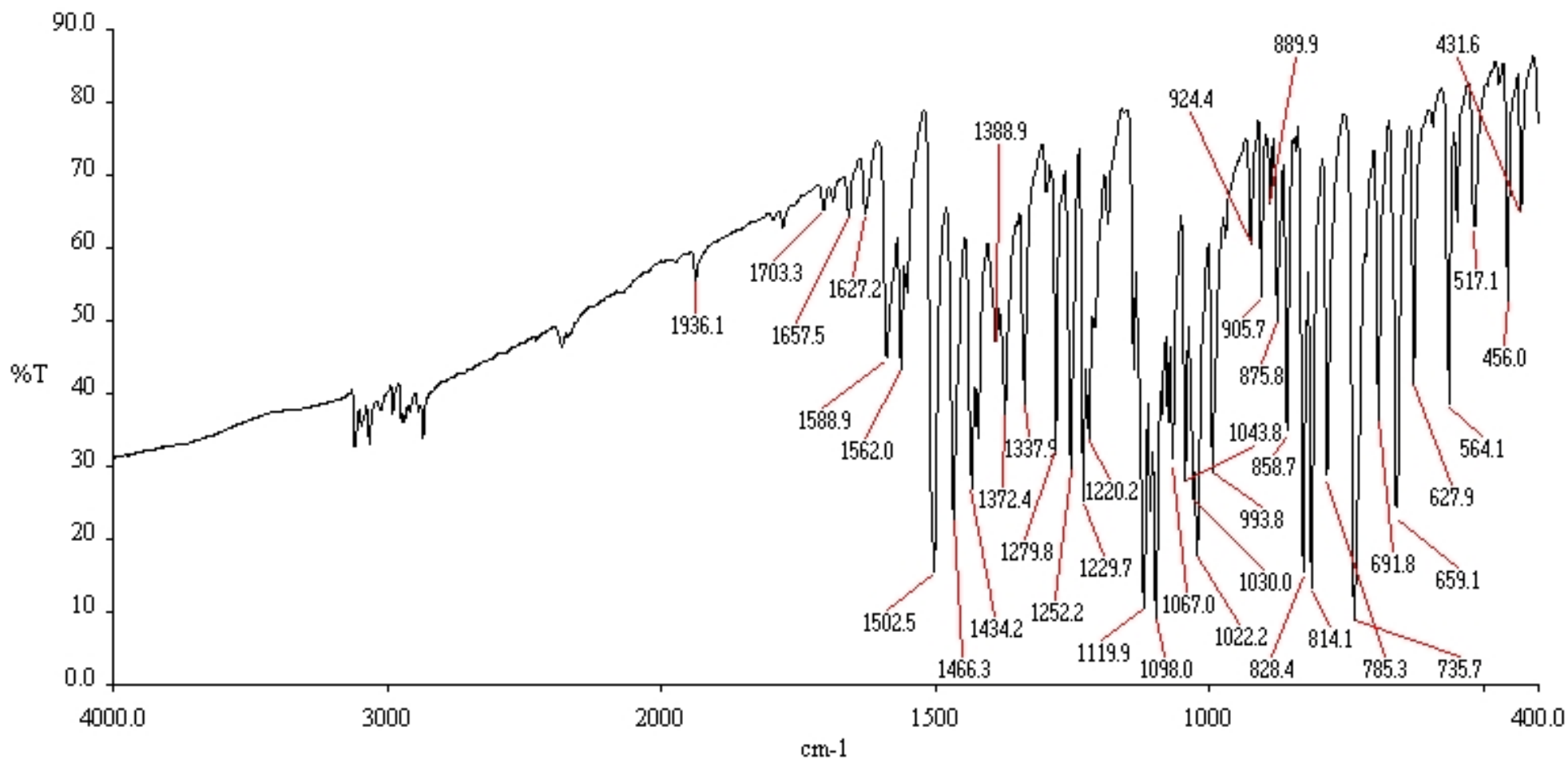
Temperatura inicial: 65 °C.

Velocidad de calentamiento: 3 °C/minuto.

Temperatura de fusión, realizada sobre sustancia tal cual: 81,19 °C.

(Determinaciones efectuadas: 6; coeficiente de variación: 0,08 %).

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.



Tioconazol – Sustancia de Referencia Farmacopea Brasileña – Farmacopea Argentina