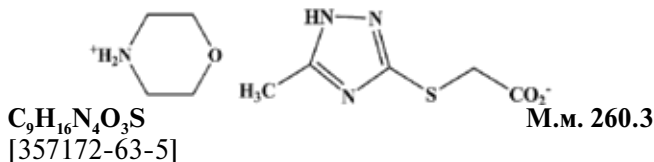


МОРФОЛІНІЮ ТІАЗОТАТ^N

Morpholinii tiazotas

MORPHOLINIUM TIAZOTATE



Синонім: морфолінієва сіль тіазотної кислоти.

Морфолінію 3-метил-1,2,4-тіазоліл-5-тіоацетат.

Вміст: не менше 99.0 % і не більше 101.0 %, у перерахунку на суху речовину.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Кристалічний порошок білого або майже білого кольору.

Розчинність. Легко розчинний у воді *P*, мало розчинний в етанолі (96 %) *P*, практично нерозчинний в ацетоні *P*, метиленхлориді *P* і гексані *P*.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Абсорбційна спектрофотометрія в інфрачервоній області (2.2.24).

Підготування зразка: субстанцію сушать в умовах, зазначених у випробуванні «Втрата в масі при висушуванні». Досліджують у дисках із калію бромідом *P*.

Відповідність: спектру ФСЗ морфолінію тіазотату.

В. Переглядають хроматограми, одержані у випробуванні «Супровідні домішки».

Результати: на хроматограмі випробовуваного розчину (b) час утримування основного піка має відповідати часу утримування основного піка на хроматограмі розчину порівняння (a).

С. 0.25 г субстанції розчиняють у 10 мл води *P*. До 3 мл одержаного розчину додають 0.3 мл амонію рейнекату розчину *P*; утворюється рожевий перламутровий осад.

ВИПРОБУВАННЯ

Температура плавлення (2.2.14). Від 147 °С до 152 °С.

Тонко подрібнену субстанцію сушать в умовах, зазначених у випробуванні «Втрата в масі при висушуванні».

Розчин S. 0.25 г субстанції розчиняють у воді *P* і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 10 мл.

Прозорість розчину (2.2.1). Розчин S має бути прозорим.

Кольоровість розчину (2.2.2, метод II). Забарвлення розчину S має бути не інтенсивнішим за еталон Y₇.

pH (2.2.3). Від 5.6 до 6.5.

0.2 г субстанції розчиняють у 20 мл води, вільної від вуглецю діоксиду, *P*.

Супровідні домішки. Рідинна хроматографія (2.2.29).

Випробовуваний розчин (a). 50.0 мг субстанції розчиняють у рухомій фазі та доводять об'єм розчину рухомою фазою до 50.0 мл.

Випробовуваний розчин (b). 1.0 мл випробовуваного розчину (a) доводять рухомою фазою до об'єму 10.0 мл.

Розчин порівняння (a). 10.0 мг ФСЗ морфолінію тіазотату розчиняють у рухомій фазі та доводять об'єм розчину рухомою фазою до 100.0 мл.

Розчин порівняння (b). 15.0 мг ФСЗ морфолінію тіазотату домішки А та 15.0 мг ФСЗ морфолінію тіазотату домішки В розчиняють у рухомій фазі та доводять об'єм розчину рухомою фазою до 100.0 мл. До 1.0 мл одержаного розчину додають 1.0 мл розчину порівняння (a) і доводять рухомою фазою до об'єму 100.0 мл.

Колонка:

- розмір: 0.25 м × 4.6 мм;
- нерухома фаза: силікагель для хроматографії октадецилсилільний *P* (5 мкм);
- температура: 30 °С.

Рухома фаза: метанол *P* — розчин 1.4 г/л калію дигідрофосфату *P*, рН якого попередньо доведено до 2.8 фосфорною кислотою розведеною *P*, (10:90).

Швидкість рухомої фази: 1.0 мл/хв.

Детектування: спектрофотометрично за довжини хвилі 220 нм.

Інжекція: 20 мкл.

Час хроматографування: у 1.5 рази більше часу утримування морфолінію тіазотату.

Відносне утримування до морфолінію тіазотату (час утримування морфолінію тіазотату близько 8 хв): домішки А — близько 0.35, домішки В — близько 0.5.

Придатність хроматографічної системи: розчин порівняння (b):

- ступінь розділення: не менше 3.0 між піками домішок А і В; не менше 3.0 між піками домішки В і морфолінію тіазотату.

Нормування:

- *домішки А, В*: на хроматограмі випробовуваного розчину (а) площа піка кожної домішки не має перевищувати площу відповідного піка на хроматограмі розчину порівняння (b) (0.15 %);
- *неспецифіковані домішки*: на хроматограмі випробовуваного розчину (а) площа піка кожної домішки не має перевищувати площу піка морфолінію тіазотату на хроматограмі розчину порівняння (b) (0.1 %);
- *сума домішок*: не більше 0.5 %;
- *не враховують*: піки, площа яких не перевищує 0.5 площі піка морфолінію тіазотату на хроматограмі розчину порівняння (b) (0.05 %).

Важкі метали (2.4.8, метод С). Не більше 0.001 % (10 ppm).

2.0 г субстанції має витримувати випробування на важкі метали. Еталон готують із використанням 2 мл свинцю еталонного розчину (10 ppm Pb) Р.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше 0.5 %. 1.000 г субстанції сушать при температурі від 70 °С до 75 °С.

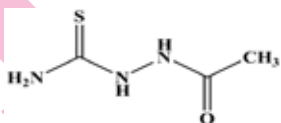
Сульфатна зола (2.4.14). Не більше 0.1 %. Визначення проводять із 1.0 г субстанції.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ

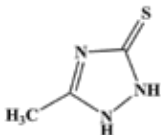
0.100 г субстанції розчиняють у 2 мл мурашиної кислоти безводної Р, додають 40 мл оцтової кислоти безводної Р і титрують 0.1 М розчином хлорної кислоти потенціометрично (2.2.20).

1 мл 0.1 М розчину хлорної кислоти відповідає 13.02 мг $C_9H_{16}N_4O_3S$.

ДОМІШКИ



А. 1-ацетил-3-тіосемікарбазид,



В. 3-метил-1,2,4-триазол-5-тіон.