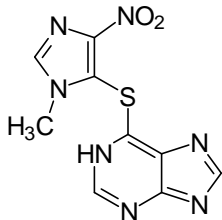


AZATIOPRINA



Consensuar estructura- ver posición del H en la purina que difiere en otras farmacoepas

$C_9H_7N_7O_2S$
446-86-6

PM: 277,3

Definición - Azatioprina es 6-[(1-Metil-4-nitro-1H-imidazol-5-il)tio]-1H-purina. Debe contener no menos de 98,5 por ciento y no más de 101,0 por ciento de $C_9H_7N_7O_2S$, calculado sobre la sustancia seca y debe cumplir con las siguientes especificaciones.

DESCRIPCIÓN

Caracteres generales - Polvo amarillo pálido. Soluble en soluciones diluidas de hidróxidos alcalinos; moderadamente soluble en ácidos minerales diluidos; muy poco soluble en cloroformo; prácticamente insoluble en agua y etanol.

Sustancia de referencia - Azatioprina SQR-MERCOSUR.

ENSAYOS

PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS

Acidez o alcalinidad

Agitar 1,0 g de Azatioprina con 50 ml de agua durante 15 minutos y filtrar: 20,0 ml del filtrado deben consumir para su neutralización no más de 0,20 ml de ácido clorhídrico 0,010 N o no más de 0,20 ml de hidróxido de sodio 0,010 N, empleando rojo de metilo (SR) como indicador.

IDENTIFICACIÓN

A - **Absorción infrarroja** <xxx>. En fase sólida.

B - Examinar los cromatogramas obtenidos en *Límite de mercaptopurina*. El valor de R_f de la mancha principal en el cromatograma obtenido a partir de la *Solución muestra* se debe corresponder con el obtenido con la *Solución estándar A*.

ENSAYOS DE PUREZA

Pérdida por secado <xxx>

Secar al vacío a 105 °C durante 5 horas: no debe perder más de 1,0 % de su peso.

Determinación de residuo por ignición (cenizas sulfatadas) <XXX>

No más de 0,1 %.

Límite de mercaptopurina

Fase estacionaria - Emplear una placa para cromatografía en placa delgada (ver xxx. **Cromatografía**) recubierta con una capa de celulosa microcristalina para cromatografía, de 0,25 mm de espesor.

Fase móvil - Alcohol butílico, previamente saturado con hidróxido de amonio 6 N.

Solución estándar A - Preparar una solución de Azatioprina SQR-MERCOSUR en hidróxido de amonio 6 N de aproximadamente 20 mg por ml.

Solución estándar B - Preparar una solución de mercaptopurina en hidróxido de amonio 6 N de aproximadamente 200 µg por ml.

Solución muestra - Preparar una solución de Azatioprina en hidróxido de amonio 6 N de aproximadamente 20 mg por ml.

Procedimiento - Aplicar por separado sobre la placa 5 µl de las *Soluciones estándar A* y *B* y 5 µl de la *Solución muestra*. Dejar secar las aplicaciones y desarrollar los cromatogramas hasta que el frente del solvente haya recorrido aproximadamente tres cuartas partes de la longitud de la placa. Retirar la placa de la cámara, marcar el frente del solvente y secar al aire. Examinar bajo luz ultravioleta a 254 y 366 nm: la mancha secundaria correspondiente a mercaptopurina en el cromatograma obtenido a partir de la *Solución muestra* no debe ser más intensa que la obtenida con la *Solución estándar B* (1,0 %).

VALORACIÓN

Pesar exactamente alrededor de 250 mg de Azatioprina, disolver en 25 ml de dimetilformamida y titular con hidróxido de tetrabutilamonio 0,1 N (SV) determinando el punto final potenciométricamente. Realizar una determinación con un blanco y hacer las correcciones necesarias (ver xxx. **Volumetría**). Cada ml de hidróxido de tetrabutilamonio 0,1 N equivale a 27,73 mg de $C_9H_7N_7O_2S$.

ACONDICIONAMIENTO Y ALMACENAMIENTO

En envases inactínicos de cierre perfecto.