

INFORME TECNICO
CARBAMAZEPINA
SUSTANCIA QUIMICA DE REFERENCIA

Lote N° 2038

$C_{15}H_{12}N_2O$

P. Mol.: 236,3

5*H*-Dibenzo[*b,f*]azepina-5-carboxamida.

Descripción: polvo blanco.

Espectro de absorción infrarrojo:

Sustancia tal cual.

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

Disco de KBr.

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

(Ver espectro adjunto).

Rango de fusión: 190,0 a 191,1 °C (Promedio de 6 determinaciones).

Realizado sobre sustancia previamente secada al vacío sobre gel de sílice, durante 24 horas a temperatura ambiente.

Capilar colocado a 170 °C, con velocidad de calentamiento de 1 °C/minuto.

Equipo: Stanford Research Systems, OptiMelt, modelo MP A 100.

Contenido de agua: 0,06 % (Determinaciones efectuadas: 4; desviación estándar: 0,003 %).

Determinado por coulombimetría.

Equipo: coulombímetro Metrohm, modelo 851Titrando.

Espectro de absorción ultravioleta:

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

Concentración de la solución: 0,0015 % p/v en el disolvente.

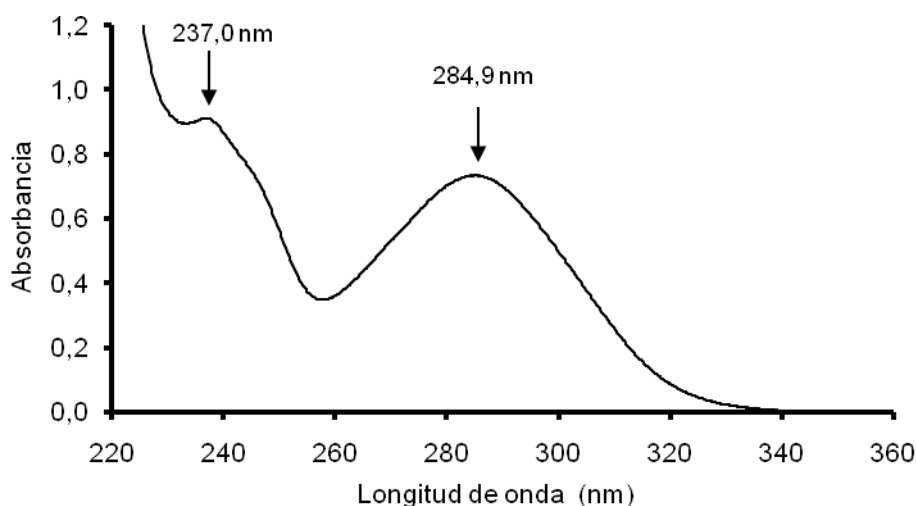
Disolvente: metanol.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 0,5.

Barrido UV entre 220 y 360 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2700.



Absorbancia:

Equipo, slit, disolvente, cubetas y precauciones ídem espectro de absorción ultravioleta.

Concentración de la solución: 0,0013 % p/v en el disolvente.

λ : 237,0 nm

$A = 0,796$ (Determinaciones efectuadas: 5; coeficiente de variación: 0,37 %).

λ : 284,9 nm

$A = 0,637$ (Determinaciones efectuadas: 5; coeficiente de variación: 0,37%).

Nota: la lectura de cada solución se realizó dentro de los 15 minutos de su preparación.

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 Shimadzu, modelo LC-20A, con procesador de datos LabSolutions.

Columna: Phenomenex Luna CN 100 A; longitud: 25,0 cm; diámetro interno: 4,6 mm; diámetro de partícula: 5 μ m.

Longitud de onda: 230 nm.

Fase móvil: agua – metanol – tetrahidrofurano (85:12:3), con el agregado de 0,22 ml de ácido fórmico y 0,5 ml de trietilamina por litro de fase móvil.

Temperatura de trabajo: 30 °C.

Flujo: 2,2 ml/minuto

Muestra: Carbamazepina.

Concentración de la muestra: 1,0 mg/ml.

Preparación de la muestra: pesar exactamente alrededor de 50 mg de Carbamazepina, transferir a un matraz aforado de 50 ml, disolver con 25 ml de metanol, llevar a volumen con agua y mezclar.

Testigos: Iminoestilbeno y 10,11-Dihidrocarbamazepina.

Solución de referencia: Carbamazepina + Iminoestilbeno + 10,11-Dihidrocarbamazepina.

Concentración de la solución de referencia: 0,001 mg/ml de Carbamazepina, 0,001 mg/ml de Iminoestilbeno y 0,001 mg/ml de 10,11-Dihidrocarbamazepina.

Preparación de la solución de referencia: pesar exactamente alrededor de 1 mg de carbamazepina, 1 mg de iminoestilbeno y 1 mg de 10-11 dihidrocarbamazepina, transferir a un matraz aforado de 50 ml, disolver con metanol, llevar a volumen y mezclar. Tomar una alícuota de 5 ml con pipeta de doble aforo y transferir a un matraz aforado de 100 ml, llevar a volumen con una mezcla de metanol - agua (1:1) y homogeneizar.

Volumen inyectado de las soluciones de muestra y de referencia: 20 µl.

Resultado: se detecta la presencia de seis impurezas.

Tiempo de retención aproximado (minutos)	% de área respecto de la solución de referencia (se estima la impureza 10,11-Dihidrocarbamazepina en la muestra respecto del pico de 10,11-Dihidrocarbamazepina y las impurezas desconocidas en la muestra respecto del pico de Carbamazepina)	
Impureza desconocida	9,0	0,004
10,11-Dihidrocarbamazepina	12,9	0,061
Carbamazepina	14,1	Pico principal
Impureza desconocida	16,5	0,007
Impureza desconocida	24,9	0,005
Impureza desconocida	31,2	0,058
Impureza desconocida	47,1	0,038
Iminoestilbeno	76,2	no se detecta**

** No se detecta la impureza Iminoestilbeno, por lo tanto, de acuerdo a la sensibilidad del método, la eventual presencia de dicha impureza, expresada como porcentaje en área, sería menor a 0,001 %.

Impurezas totales estimadas: 0,17 %.

Valoración: 99,8 %, calculado sobre la sustancia anhidra (Determinaciones efectuadas: 60).

Método: Espectrofotometría de absorción ultravioleta.

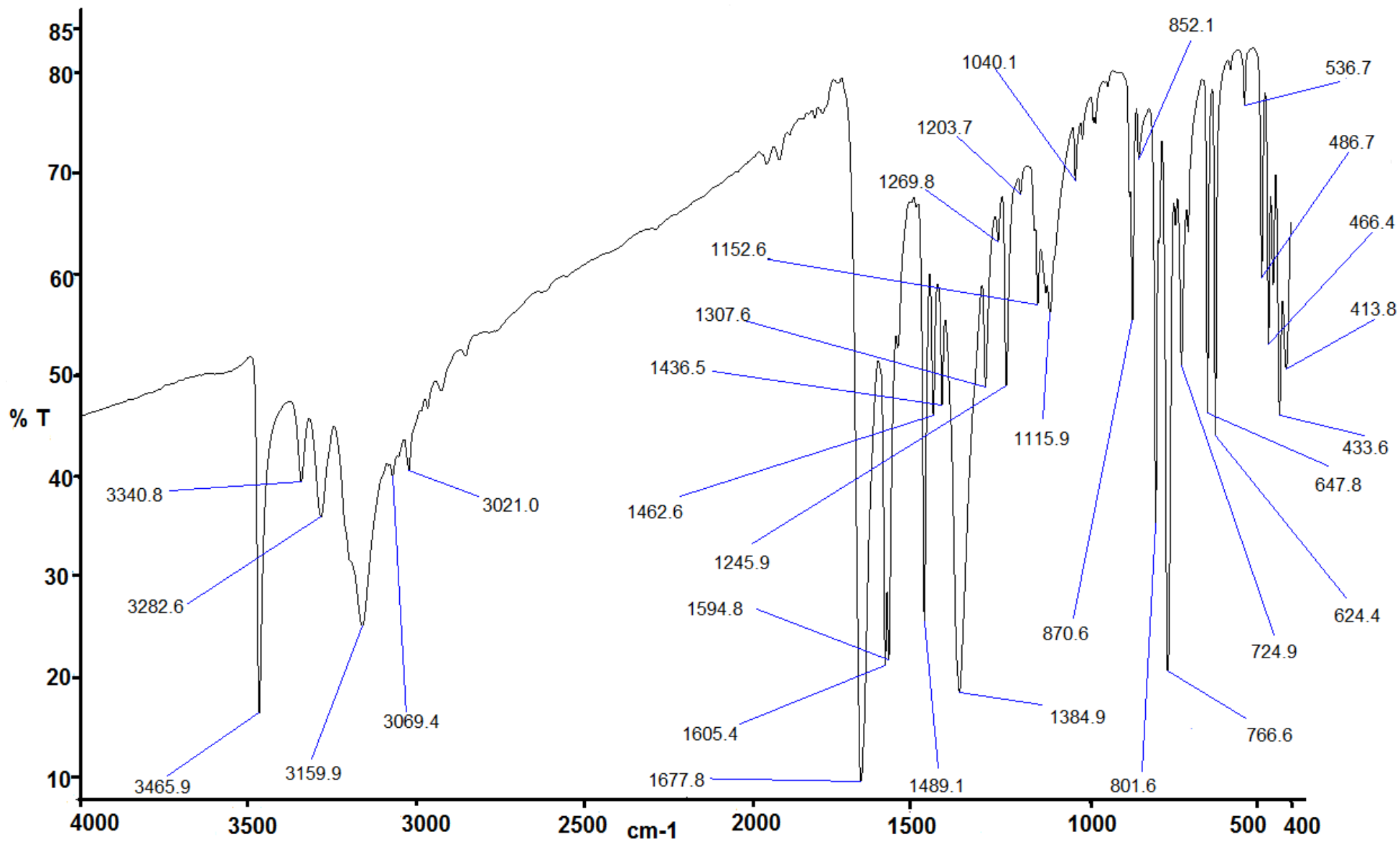
Estándar de referencia: Carbamazepina USP, Lote KOE209.

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

Uso

La Sustancia Química de Referencia Carbamazepina 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.



Carbamazepina – Sustancia de Referencia Farmacopea Brasileña – Farmacopea Argentina