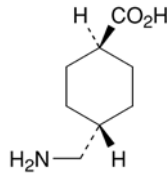


07/2007:0875

## ACIDUM TRANEXAMICUM

Tranexámsav

 $C_8H_{15}NO_2$ 

Mr 157,2

## DEFINÍCIÓ

*Transz-4-(aminometil)ciklohexánkarbonsav.**Tartalom: 99,0–101,0% (száritott anyagra).*

## SAJÁTSÁGOK

*Küllem: fehér, vagy csaknem fehér, kristályos por.**Oldékonyság: vízben és tömény ecetsavban bőségesen oldódik; acetonban és etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.*

## AZONOSÍTÁS

Infravörös abszorpciós spektrofotometria (2.2.24).

*Mintakészítés: pasztilla.**Összehasonlítás: CRS tranexámsavval.*

## VIZSGÁLATOK

**pH** (2.2.3): 7,0–8,0.

2,5 g anyagot R szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re oldunk.

**Rokon vegyületek.** Folyadékkromatográfia (2.2.29).*Vizsgálati oldat.* A vizsgálandó anyag 0,20 g-ját R vízzel 20,0 ml-re oldjuk.*Összehasonlító oldat (a).* A vizsgálati oldat 5,0 ml-ét R vízzel 100,0 ml-re

hígítjuk. Az így kapott oldat 1,0 ml-ét *R* vízzel 10,0 ml-re hígítjuk.

*Összehasonlító oldat (b).* 20 mg *CRS tranexámsavat* (C- szennyezőt tartalmaz) *R* vízzel 2,0 ml-re oldunk. Az így kapott oldat 1,0 ml-éhez 1,0 ml vizsgálati oldatot elegyítünk, majd az oldatot *R* vízzel 50,0 ml-re hígítjuk.

*Összehasonlító oldat (c).* 12 mg 4-aminometilbenzoésavat (D-szennyező) *R* vízzel 100 ml-re oldunk. Az oldat 1 ml-ét *R* vízzel 50 ml-re hígítjuk. A kapott oldat 5 ml-ét *R* vízzel tovább hígítjuk 200 ml-re.

*Oszlop:*

- *méretei:*  $l = 0,25$  m,  $\emptyset = 4,6$  mm vagy  $l = 0,25$  m,  $\emptyset = 6,0$  mm,
- *állófázis:* *R* kromatográfiás célra szánt oktadecilszililezett szilikagél (5  $\mu$ m).

A mozgófázis készítése: 11,0 g *R vízmentes nátrium-dihidrogén-foszfátot* 500 ml *R* vízben oldunk, az oldathoz 5 ml *R trietil-amint* elegyítünk és 1,4 g *R nátrium-lauril-szulfátot* adunk. Az így nyert oldat pH-ját *R hígított foszforsavval* 2,5-re állítjuk be, majd térfogatát *R vízzel* 600 ml-re egészítjük ki. Az oldathoz 400 ml *R metanolt* elegyítünk.

*Áramlási sebesség:* 0,9 ml/perc.

*Detektálás:* 220 nm-en regisztráló spektrofotométerrel.

*Injektálás:* 20  $\mu$ l.

*Kromatografálási idő:* a tranexámsav retenciós idejének 3-szorosa.

*A szennyezők azonosítása:* A C-szennyezőhöz tartozó csúcsot a *CRS tranexámsavhoz* mellékel, valamint a *b)* összehasonlító oldat kromatogramja segítségével azonosítjuk; a D-szennyezőhöz tartozó csúcsot a *c)* összehasonlító oldat kromatogramja segítségével azonosítjuk.

*Relatív retenciók* a tranexámsavra (retenciós ideje kb. 13 perc) vonatkoztatva: C-szennyező kb. 1,1; D-szennyező kb. 1,3 ; B-szennyező kb. 1,5 ; A-szennyező kb. 2,1.

*Rendszeralkalmasság:* b) összehasonlító oldat:

- *csúcsfelbontás:* legalább 1,5, a tranexámsav és a C-szennyező között.

*Követelmények:*

- *korrekciós faktorok:* a szennyezők mennyiségének számításához csúcsterületüket a következő korrekciós tényezőkkel szorozzuk: B-szennyező 1,2; C-szennyező 0,005; D-szennyező 0,006,

- *A*-szennyező: csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,2-szerese (0,1%),
- *B*-szennyező: csúcsterülete nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,4-szerese (0,2%),
- *egyéb szennyezők egyenként*: csúcsterületük nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,2-szerese (0,1%),
- *egyéb szennyezők összesen*: csúcsterületük összege nem lehet nagyobb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,4-szerese (0,2%),
- *elhanyagolási határ*: azokat a csúcsokat, amelyeknek területe kisebb, mint az a) összehasonlító oldat kromatogramján látható főcsúcs területének 0,05-szorosa, nem vesszük figyelembe (0,025%).

**Kloridban kifejezett halogenidek (2.4.4):** legfeljebb 140 ppm.

1,2 g anyagot *R* vízzel 50 ml-re oldunk.

**Nehézfémek (2.4.8/A):** legfeljebb 10 ppm.

2,0 g anyagot *R* vízzel 20 ml-re oldunk. Az oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom–mértékoldattal (1 ppm Pb) készítjük.

**Szárítási veszteség (2.2.32):** legfeljebb 0,5%. 1,000 g anyagot szárítószekrényben 100–105 °C-on 2 órán keresztül szárítunk.

**Szulfáthamu (2.4.14):** legfeljebb 0,1%. 1,0 g anyagot vizsgálunk.

#### TARTALMI MEGHATÁROZÁS

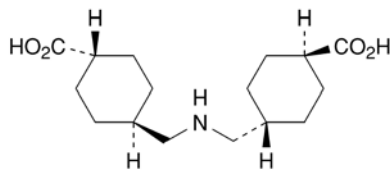
Az anyag 0,140 g-ját 20 ml *R* vízmentes ecetsavban oldjuk. Az oldatot, potenciometriás végpontjelzést alkalmazva (2.2.20), 0,1 M perklórsav–mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M perklórsav–mérőoldattal 15,72 mg C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>2</sub> egyenértékű.

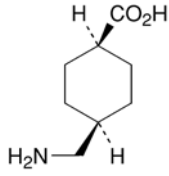
#### SZENNYEZŐK

*Egyedi határértékhez kötött (specifikált) szennyezők:* A, B.

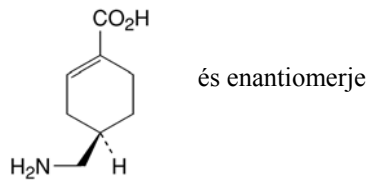
*Egyéb kimutatható szennyezők:* C, D.



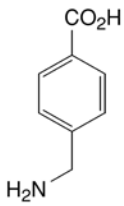
A. *transz,transz*-4,4'-(iminodimetilén)di(ciklohexánkarbonsav),



B. *cisz*-4-(aminometil)ciklohexánkarbonsav,



C. (*RS*)-4-(aminometil)ciklohex-1-énkarboxilsav,



D. 4-aminometilbenzoeszav