

FARMACOPÉIA BRASILEIRA

6ª EDIÇÃO



Agência Nacional de Vigilância Sanitária

Farmacopeia
Brasileira,
6ª edição

Volume II – Monografias

Insumos Farmacêuticos e Especialidades

Brasília
2019

ÁCIDO NALIDÍXICO COMPRIMIDOS

Contém, no mínimo, 95,0% e, no máximo, 105,0% da quantidade declarada de $C_{12}H_{12}N_2O_3$.

IDENTIFICAÇÃO

A. Pesar e pulverizar os comprimidos. Utilizar quantidade do pó equivalente a 1 g de ácido nalidíxico, adicionar 50 mL de clorofórmio, agitar por 15 minutos, filtrar e evaporar o filtrado até *secura*. O resíduo responde ao teste **A.** de *Identificação* da monografia de *Ácido nalidíxico*.

B. Secar o resíduo obtido no teste **A.** de *Identificação*, a 105 °C por duas horas. No espectro de absorção no ultravioleta (**5.2.14**), na faixa de 230 nm a 350 nm, de solução do resíduo a 0,0008% (p/v) em hidróxido de sódio 0,1 M, há máximos em 258 nm e 334 nm.

C. Secar o resíduo obtido no teste **A.** de *Identificação*, a 105 °C por duas horas. Temperatura de fusão (**5.2.2**): em torno de 228 °C.

CARACTERÍSTICAS

Determinação de peso (5.1.1). Cumpre o teste.

Teste de dureza (5.1.3.1). Cumpre o teste.

Teste de friabilidade (5.1.3.2). Cumpre o teste.

Teste de desintegração (5.1.4.1). Cumpre o teste.

Uniformidade de dose unitária (5.1.6). Cumpre o teste.

ENSAIOS DE PUREZA

Substâncias relacionadas. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada (5.2.17.1)*, utilizando sílica-gel GF₂₅₄ como suporte, e mistura de amônia 5 M, cloreto de metileno e álcool etílico (20:30:50), como fase móvel. Aplicar, separadamente, à placa, 10 µL de cada uma das soluções recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): pesar e pulverizar os comprimidos. Dissolver quantidade de pó equivalente a 0,1 g de ácido nalidíxico em 50 mL de cloreto de metileno, agitar por 15 minutos, filtrar e evaporar até *secura*. Dissolver o resíduo em 5 mL de cloreto de metileno.

Solução (2): transferir 1 mL da *Solução (1)* para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com cloreto de metileno. Pipetar 5 mL, transferir para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com cloreto de metileno e homogeneizar.

Solução (3): Pipetar 4 mL da *Solução (2)*, transferir para balão volumétrico de 10 mL, completar o volume com cloreto de metileno e homogeneizar.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa e deixar secar ao ar. Examinar sob luz ultravioleta (254 nm). Nenhuma mancha obtida no cromatograma com a *Solução (1)*, além da mancha principal, deve ser mais intensa do que a mancha obtida com a *Solução (2)* (0,25%) e no máximo uma mancha é mais intensa que a mancha obtida com a *Solução (3)* (0,1%).

TESTE DE DISSOLUÇÃO (5.1.5)

Meio de dissolução: tampão fosfato pH 8,6, 900 mL.

Aparelhagem: pá, 60 rpm.

Tempo: 30 minutos.

Procedimento: após o teste, retirar alíquota do meio de dissolução, filtrar e diluir em hidróxido de sódio 0,01 M até a concentração adequada. Medir as absorvâncias das soluções em 334 nm (5.2.14), utilizando uma mistura de hidróxido de sódio 0,01 M e meio de dissolução, na mesma proporção da solução teste, para o ajuste do zero. Calcular a quantidade de ácido nalidíxico dissolvido no meio, comparando as leituras obtidas com a solução de ácido nalidíxico SQR na concentração de 0,00055% (p/v) em hidróxido de sódio 0,01 M.

Tolerância: no mínimo 80% (Q) da quantidade declarada de ácido nalidíxico se dissolvem em 30 minutos.

TESTES DE SEGURANÇA BIOLÓGICA

Contagem do número total de micro-organismos mesofílicos (5.5.3.1.2). Cumpre o teste.

Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3). Cumpre o teste.

DOSEAMENTO

Pesar e pulverizar 20 comprimidos. Transferir quantidade do pó equivalente a 0,1 g de ácido nalidíxico para balão volumétrico de 200 mL, adicionar 150 mL de hidróxido de sódio M, agitar por três minutos e completar o volume com o mesmo solvente. Deixar a solução em repouso por 15 minutos. Transferir 2 mL para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água. Preparar solução padrão nas mesmas condições. Medir a absorvância da solução resultante em 334 nm, utilizando hidróxido de sódio 0,01 M para ajuste do zero. Calcular a quantidade de $C_{12}H_{12}N_2O_3$ nos comprimidos, a partir das leituras obtidas. Alternativamente, realizar os cálculos considerando A (1%, 1 cm) = 494, em 334 nm, em hidróxido de sódio 0,01 M.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes herméticos e protegidos da luz.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.