

FARMACOPÉIA BRASILEIRA

6ª EDIÇÃO



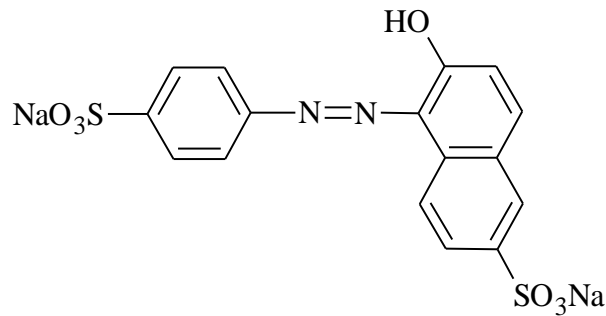
Agência Nacional de Vigilância Sanitária

Farmacopeia Brasileira, 6ª edição

Volume II – Monografias

Insumos Farmacêuticos e Especialidades

Brasília
2019

AMARELO CREPÚSCULO

$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$; 452,36

amarelo crepúsculo; 11240

Sal sódico do ácido 6-hidroxi-5-[2-(4-sulfofenil)diazenil]-2-naftalenossulfônico (2:1)
[2783-94-0]

Contém, no mínimo, 85% de $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$.

DESCRIÇÃO

Características físicas. Pó fino, laranja avermelhado e higroscópico. Solução aquosa amarelo-alaranjada

Solubilidade. Solúvel em água, álcool etílico, álcool metílico e glicerol, insolúvel em éter etílico, acetona e óleo mineral. Pouco estável em presença de agentes redutores.

IDENTIFICAÇÃO

No espectro de absorção no ultravioleta e visível (**5.2.14**), na faixa de 200 nm a 700 nm, de solução a 0,001% (p/v) em acetato de amônio 0,02 M (pH 5,6), há máximos em 481, 312, 234 e 211 nm e mínimos em 348, 286 e 218 nm, idênticos aos observados no espectro de solução similar de amarelo crepúsculo SQR.

ENSAIOS DE PUREZA

Corantes subsidiários. Proceder conforme descrito em *Cromatografia em camada delgada* (**5.2.17.1**), utilizando sílica gel G, como suporte, e mistura de álcool butílico, álcool etílico, água e hidróxido de amônio (50:25:25:10), como fase móvel. Aplicar, separadamente à placa, 2 µL de cada uma das soluções recentemente preparadas, descritas a seguir.

Solução (1): 0,25 g da amostra em 10 mL de hidróxido de sódio 0,5 M.

Solução (2): 0,05 g de amarelo crepúsculo SQR em 10 mL de hidróxido de sódio 0,5 M.

Solução (3): diluir a *Solução (2)* de modo a obter uma solução a 0,25 mg/mL, com o mesmo diluente.

Solução (4): diluir a *Solução (1)* de modo a obter uma solução a 1,25 mg/mL, com o mesmo diluente.

Desenvolver o cromatograma. Remover a placa, deixar secar ao ar. Examinar sob luz ambiente e luz ultravioleta (254 nm). A mancha principal obtida com a *Solução (1)* corresponde em posição, cor e intensidade àquela obtida com a *Solução (2)*. As manchas secundárias obtidas com a *Solução (1)* não devem ser mais intensas do que aquelas obtidas com a *Solução (3)* (1%) e a *Solução (4)* (5%).

Alternativamente pode ser empregada mistura de álcool butílico, água, ácido acético glacial (20:12:5) como fase móvel. Em lugar de sílica-gel G pode ser usado papel cromatográfico, utilizando-se as condições anteriormente descritas e observando as manchas também por transparência.

Chumbo, cobre, estanho, zinco. Proceder conforme descrito em *Espectrometria de absorção atômica (5.2.13)*. Pesar 2 g da amostra, usar cadinho de sílica e queimar, brandamente, sobre tela de amianto (± 350 °C); levar à mufla durante 12 horas, sem ultrapassar a temperatura de 450 °C. Remover o cadinho e resfriar. Misturar o resíduo com cerca de 2 mL de água e adicionar duas gotas de nitrato de magnésio a 50% (p/v). Secar sobre chapa elétrica e retornar à mufla durante três a quatro horas ou até que o resíduo esteja branco ou amarelado. Em seguida, resfriar, gotejar 1 a 2 mL de ácido nítrico, 1 mL de água e aquecer sobre chapa elétrica até quase secar. Dissolver os nitratos metálicos com 5 mL de água. Se necessário, centrifugar. Levar ao espectrômetro de absorção atômica, calibrado previamente e realizar a leitura da concentração de cada um dos metais. No máximo 0,001% (10 ppm) de chumbo, 0,002% (20 ppm) de cobre, 0,025% (250 ppm) de estanho e 0,005% (50 ppm) de zinco.

Cloretos e sulfatos. Para a determinação de cloretos, pesar 0,5 g da amostra, dissolver em 200 mL de água, acidificar com 8 mL de ácido nítrico a 25% (v/v) e titular com nitrato de prata 0,1 M SV, utilizando potenciômetro com eletrodo combinado de prata. Cada mL de nitrato de prata 0,1 M SV equivale a 5,85 mg de NaCl.

Para a determinação de sulfatos, pesar 0,5 g da amostra e dissolver em 100 mL de água em banho-maria. Adicionar 35 g de cloreto de sódio, isento de sulfatos, e agitar bem. Transferir para balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com solução saturada de cloreto de sódio. Homogeneizar. Após uma hora, filtrar em papel de filtro e transferir alíquota de 100 mL do filtrado para béquer de 600 mL, diluir até 300 mL com água e acidificar com ácido clorídrico SR, adicionando leve excesso. Aquecer à fervura e gotejar, com agitação, 25 mL de cloreto de bário a 12% (p/v) ou até que não ocorra mais precipitação. Deixar em repouso durante quatro horas. Separar o sulfato de bário por filtração, lavar com água quente, secar o papel com o resíduo, transferir para cadinho seco, previamente pesado e calcinar em mufla a 500 °C durante uma hora. Resfriar em dessecador e pesar. Calcular o teor de sulfatos segundo a expressão:

$$\% \text{ sulfatos} = \frac{N \times 0,6085 \times 100}{p}$$

em que

N = massa em gramas de sulfato de bário;

p = massa em gramas da amostra usada na precipitação.

No máximo 5% de cloretos e sulfatos.

Substâncias insolúveis em água. Dissolver 5 g da amostra em 200 mL de água quente (80 °C a 90 °C) com agitação. Resfriar à temperatura ambiente. Filtrar em placa filtrante, previamente seca e pesada. Lavar com água fria até que as águas de lavagem se tornem incolores. Secar o filtro com o resíduo em estufa a 120 °C durante quatro horas e pesar. No máximo 0,5%.

Arsênio (5.3.2.5). Utilizar o *Método I*. Determinar em 1 g da amostra. No máximo 0,0001% (1 ppm).

Metais pesados (5.3.2.3). Utilizar o *Método III*. Determinar em 0,5 g da amostra. No máximo 0,004% (40 ppm).

DOSEAMENTO

Preparar solução da amostra conforme descrito em *Identificação* e determinar a absorvância no máximo de absorção, em cerca de 481 nm (**5.2.14**). Calcular o teor da amostra segundo a expressão:

$$\frac{A \times 100}{564 \times p} = \% \text{ de amarelo crepúsculo na amostra}$$

em que

A = absorvância medida;

p = massa em gramas da amostra.

Alternativamente pode-se considerar A (1%, 1 cm) = 564 em 481 nm.

EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem fechados, protegidos da luz.

ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

CATEGORIA

Corante.