

DIÓXIDO DE TITÂNIO**6.4. Ensaios de Pureza****6.4.1 Preparo das soluções****6.4.1.1 Solução S1**

6.4.1.1.1 Agitar 20,0 g com 30 mL de ácido clorídrico por 1 minuto;

6.4.1.1.2 Adicionar 100 mL de água purificada e aquecer a mistura até à ebulição;

6.4.1.1.3 Filtrar a mistura quente através de um papel de filtro endurecido até obter um filtrado claro;

6.4.1.1.4 Lavar o filtro com 60 mL de água destilada e diluir o filtrado com lavagens para 200 mL com água purificada.

6.4.1.2 Azul de bromotimol R1

6.4.1.2.1 Dissolver 50 mg de azul de bromotimol em uma mistura de 4 mL de hidróxido de sódio 0,02 M e 20 mL de etanol 96 % e diluir para 100 mL com água purificada.

6.4.2 Acidez ou Alcalinidade^a

6.4.2.1 Misturar por 5 minutos 5,0 g da amostra com 50 mL de água purificada;

6.4.2.2 Centrifugar ou filtrar até obtenção de uma solução clara;

6.4.2.3 Pipetar 10 mL da solução, adicionar 0,1 mL de azul de bromotimol R1;

6.4.2.4 Critério de aceitação: No máximo 1,0 mL de ácido clorídrico 0,01 M ou hidróxido de sódio 0,01 M, é necessário para mudar a cor do indicador.

6.4.3 Arsênio^b

6.4.3.1 Transferir 3,0 g da amostra para um erlenmeyer de 250 mL, equipado com um termômetro e uma saída de vapor;

6.4.3.2 Adicionar 50 mL de água, 500 mg de sulfato de hidrazina, 500 mg de brometo de potássio, 20 g de cloreto de sódio e 25 mL de ácido sulfúrico;

6.4.3.3 Recolher os vapores liberados em 52 mL de água contida no gerador de arsina;

DIÓXIDO DE TITÂNIO

- 6.4.3.4 Aquecer a amostra a 90°C e manter a temperatura a 90-100°C por 15 minutos;
- 6.4.3.5 Adicionar 3 mL de ácido clorídrico ao frasco gerador;
- 6.4.3.6 Proceder conforme método geral POP DIFIQ MG 010. Realizar método I (USP);
- 6.4.3.7 Omitir a adição de 20 mL de ácido sulfúrico 7 N no procedimento;
- 6.4.3.8 Critério de aceitação: No máximo 1 µg/g (1 ppm).

6.4.4 Perda por dessecação^b

- 6.4.4.1 Proceder conforme POP DIFIQ MG 003;
- 6.4.4.2 Dessecar a amostra a 105°C por 3 horas;
- 6.4.4.3 Critério de aceitação: No máximo 0,5 %.

6.4.5 Perda por ignição^b

- 6.4.5.1 Proceder conforme POP DIFIQ MG 121;
- 6.4.5.2 Utilizar 2 g da amostra previamente dessecada;
- 6.4.5.3 Levantar a ignição a 800 ± 25 °C até peso constante;
- 6.4.5.4 Critério de aceitação: No máximo 0,5 %.

6.4.6 Substâncias hidrossolúveis^b**6.4.6.1 Solução de cloreto de amônio SR**

- 6.4.6.1.1 Transferir 10,5 g de cloreto de amônio para balão volumétrico de 100 mL;
- 6.4.6.1.2 Dissolver, completar o volume com água e homogeneizar.

6.4.6.2 Procedimento

- 6.4.6.2.1 Suspender 4,0 g da amostra em 50 mL de água;
- 6.4.6.2.2 Agitar e deixar em repouso de um dia para o outro;
- 6.4.6.2.3 Transferir a suspensão da amostra para um balão volumétrico de 200 mL;
- 6.4.6.2.4 Adicionar 2 mL de cloreto de amônio SR e homogeneizar. Se o dióxido de titânio não precipitar, adicionar outra porção de 2 mL de solução de cloreto de amônio SR;

DIÓXIDO DE TITÂNIO

- 6.4.6.2.5 Deixar a suspensão precipitar. Diluir para 200 mL com água e homogeneizar;
- 6.4.6.2.6 Filtrar em papel de filtração lenta, desprezando os primeiros 10 mL do filtrado;
- 6.4.6.2.7 Coletar 100 mL do filtrado límpido e transferir para um cadinho previamente tarado (calcinar em mufla a 600 °C por 1 hora);
- 6.4.6.2.8 Evaporar até secura e levar à ignição até tornar-se vermelho vivo, até peso constante;
- 6.4.6.2.9 Calcular a quantidade de resíduo através da seguinte equação:

$$\text{Resíduo}(\%) = \frac{(P2 - P1)}{Te} \times 100$$

Onde:

P1: peso do cadinho vazio, em g;

P2: peso do cadinho com amostra depois da ignição, e mg;

Te: tomada de ensaio, em g.

- 6.4.6.2.10 Critério de aceitação: O peso do resíduo não excede 5 mg (0,25%).

6.4.7 Substâncias solúveis em ácido^b

- 6.4.7.1 Calcinar cadinho de porcelana na mufla a 600 °C por 1 hora;
- 6.4.7.2 Suspender 5,0 g da amostra em 100 mL de ácido clorídrico 0,5 N;
- 6.4.7.3 Aquecer em banho-maria por 30 minutos, agitando ocasionalmente;
- 6.4.7.4 Filtrar em papel de filtração lenta até ficar límpido;
- 6.4.7.5 Lavar com 3 porções de 10 mL de ácido clorídrico 0,5 N;
- 6.4.7.6 Combinar o filtrado com as lavagens e evaporar até secura;
- 6.4.7.7 Levar à ignição até tornar-se vermelho vivo, até peso constante;
- 6.4.7.8 Calcular a quantidade de resíduo através da seguinte equação:

$$\text{Resíduo}(\%) = \frac{(P2 - P1)}{Te} \times 100$$

Onde:

P1: peso do cadinho vazio, em g;

P2: peso do cadinho com amostra depois da ignição, em g;

Te: tomada de ensaio, em g.

6.4.7.9 Critério de aceitação: O peso do resíduo não excede 25 mg (0,5%).

6.4.8 **Bário^a**

6.4.8.1 Pipetar 10 mL da solução S1, adicionar 1 mL de ácido sulfúrico diluído (1 M);

6.4.8.2 Após 30 minutos, a opalescência da solução não é mais intensa do que a mistura de 10 mL de S1 com 1 mL de água purificada (mistura padrão).

6.4.9 **Metais pesados^a**

6.4.9.1 Pipetar 10 mL da solução S1 e ajustar o pH para 4,0 com amônia concentrada (13,5 M);

6.4.9.2 Diluir para 20 mL com água purificada;

6.4.9.3 Pipetar 12 mL da solução e realizar o ensaio A pela Farmacopeia Britânica, conforme POP DIFIQ MG 013;

6.4.9.4 Preparar a solução de referência usando solução padrão de chumbo (1 ppm);

6.4.9.5 Limite máximo 20 ppm.

6.5 **Teor^b**

6.5.1 **Preparo da Amostra**

6.5.1.1 Pesar, com exatidão, cerca de 300 mg da amostra, previamente dessecada, e transferir para um béquer de 250 mL;

6.5.1.2 Adicionar 20 mL de ácido sulfúrico e de 7 a 8 g de sulfato de amônio. Homogeneizar e aquecer em uma chapa aquecedora até aparecer fumaça de trióxido de enxofre;

6.5.1.3 Continuar aquecendo em chama forte até dissolver completamente ou até aparecer um resíduo insolúvel de material silicoso;

6.5.1.4 Resfriar e diluir, cautelosamente, para 100 mL com água;

6.5.1.5 Agitar, aquecer cuidadosamente até fervura sob agitação. Permitir que o material insolúvel decante;

6.5.1.6 Filtrar, transferindo todo o resíduo para o filtro e lavar completamente com ácido sulfúrico 2N gelado;

Título	Status
DIÓXIDO DE TITÂNIO	

6.5.1.7 Diluir o filtrado para 200 mL com água e, cautelosamente, adicionar cerca de 10 mL de hidróxido de amônio.

6.5.2 Solução de sulfato férrico amoniacal SR

6.5.2.1 Transferir 8 g de sulfato férrico amoniacal para balão volumétrico de 100 mL;

6.5.2.2 Dissolver, completar o volume com água e homogeneizar.

6.5.3 Solução de cloreto de mercúrio (1 em 50)

6.5.3.1 Transferir 2 g de cloreto de mercúrio para balão volumétrico de 100 mL;

6.5.3.2 Dissolver, completar o volume com água e homogeneizar.

6.5.4 Amálgama de zinco

6.5.4.1 A 100 g de zinco (20-30 mesh), adicionar 100 mL de solução de cloreto de mercúrio (1 em 50);

6.5.4.2 Homogeneizar e deixar em repouso por 10 minutos. Separar a solução do zinco através de decantação.

6.5.5 Procedimento

6.5.5.1 Preparar uma coluna com o amálgama de zinco em um tubo redutor de Jones de 25 cm, da seguinte maneira:

6.5.5.1.1 Colocar um pedaço de fibra de vidro no fundo do tubo. Encher a porção estreita do tubo com o amálgama de zinco;

6.5.5.1.2 Lavar a coluna de amálgama de zinco com porções de 100 mL de ácido sulfúrico 2N até que os 100 mL utilizados na lavagem não descolorem 1 gota de permanganato de potássio 0,1N;

6.5.5.1.3 Transferir 50 mL de solução de sulfato férrico amoniacal SR para um Kitassato de 1000 mL;

6.5.5.1.4 Adicionar permanganato de potássio 0,1N até que uma coloração rosa claro persista por 5 minutos;

6.5.5.1.5 Conectar o tubo redutor de Jones ao gargalo do Kitassato;

DIÓXIDO DE TITÂNIO

- 6.5.5.1.6 Passar 50 mL de ácido sulfúrico 2N através do redutor com um fluxo de 30 mL/min;
- 6.5.5.1.7 Passar pelo redutor, com o mesmo fluxo, a solução amostra preparada, em seguida 100 mL de ácido sulfúrico 2N e de água;
- 6.5.5.1.8 Durante estas operações, manter o redutor preenchido com a solução ou água acima do nível superior do amálgama. Tomando precauções contra a admissão de oxigênio atmosférico, liberar a sucção gradualmente, lavar o tubo de saída do redutor e os lados do receptor;
- 6.5.5.1.9 Titular, imediatamente, com permanganato de potássio 0,1N SV;
- 6.5.5.1.10 Realizar prova em branco, substituindo a solução amostra por 200 mL de ácido sulfúrico 2N e fazer as correções necessárias;
- 6.5.5.1.11 Cada mL de permanganato de potássio 0,1N SV é equivalente a 7,988 mg de dióxido de titânio;
- 6.5.5.1.12 Calcular o teor de dióxido de titânio utilizando a seguinte fórmula:

$$Teor(\%) = \frac{Vg \times fc \times 7,988 \times 100}{Te} \times 100$$

Onde:

Vg: Volume de permanganato de potássio 0,1N SV gasto na titulação da amostra, corrigido pelo volume gasto na titulação do branco, em mL;

fc: Fator de correção do permanganato de potássio 0,1N SV;

7,988: Equivalente do dióxido de titânio;

Te: Tomada de ensaio da amostra, em mg.

- 6.5.5.1.13 Critério de aceitação: Entre 99,0 % e 100,5 %, em relação à substância dessecada.

7. FREQUÊNCIA

- 7.1 De acordo com a necessidade de análise do produto.