

6.5.3. Glicolato sódico^a

NOTA: Realizar o teste protegido da luz.

6.5.3.1. Preparo da Solução teste

- 6.5.3.1.1. Transferir 0,2 g para um béquer;
- 6.5.3.1.2. Adicionar 5 mL de ácido acético e 5 mL de água purificada;
- 6.5.3.1.3. Misturar até completa dissolução (Cerca de 10 minutos);
- 6.5.3.1.4. Adicionar 50 mL de acetona R e 1 g de Cloreto de sódio R;
- 6.5.3.1.5. Filtrar através de papel de filtro impregnado com acetona R;
- 6.5.3.1.6. Rinsar o béquer e filtrar com acetona R;
- 6.5.3.1.7. Misturar o filtrado com as águas de lavagem e diluir para 100 mL com acetona R;
- 6.5.3.1.8. Deixar em repouso por 24 horas sem agitar;
- 6.5.3.1.9. Utilizar o sobrenadante líquida claro.

6.5.3.2. Preparo da solução referência

- 6.5.3.2.1. Dissolver 0,310 g de ácido glicólico R, previamente seco a vácuo sobre pentóxido de difosfórico R a temperatura ambiente durante a noite, em água e diluir para 500 mL do mesmo solvente;
- 6.5.3.2.2. Para 5 mL desta solução adicionar 5 mL de ácido acético R e deixar em repouso por 30 minutos;
- 6.5.3.2.3. Adicionar 50 mL de acetona R e 1 g de cloreto de sódio R;
- 6.5.3.2.4. Filtrar através de papel de filtro impregnado com acetona R;
- 6.5.3.2.5. Enxaguar o béquer e filtrar com acetona R;
- 6.5.3.2.6. Misturar o filtrado com as águas de lavagem e diluir para 100 mL com acetona R;
- 6.5.3.2.7. Deixar em repouso por 24 horas sem agitar;
- 6.5.3.2.8. Utilizar o sobrenadante líquida claro.

6.5.3.3. Procedimento

6.5.3.3.1. Em recipientes distintos, aquecer 2 mL da solução teste e 2 mL da solução referência em banho-maria por 20 minutos;

6.5.3.3.2. Esfriar à temperatura ambiente e adicionar 20 mL de solução de 2,7 diidroxinaftaleno em cada solução;

6.5.3.3.3. Misturar e aquecer por 20 minutos em banho-maria;

6.5.3.3.4. Resfriar sob água corrente, transferir para balões volumétricos e diluir para 25 mL com ácido sulfúrico R, mantendo os balões dentro da água;

6.5.3.3.5. Dentro de 10 minutos, medir a absorvância a 540 nm utilizando água para leitura do branco;

6.5.3.3.6. Critério de aceitação: A absorvância da solução preparada com a solução de teste não é superior à da solução preparada com a solução referência.

6.5.4. Cloreto de sódio^a

6.5.4.1. Condições da análise

6.5.4.1.1. Eletrodo indicador: eletrodo de prata;

6.5.4.1.2. Eletrodo referência: eletrodo de junção dupla contendo solução de nitrato de potássio 10% no eletrodo externo e uma solução padrão no eletrodo interno.

6.5.4.2. Procedimento

6.5.4.2.1. Pesar, com exatidão, cerca de 500 mg da amostra e transferir para um erlenmeyer de 250 mL;

6.5.4.2.2. Suspender em 100 mL de água e adicionar 1 mL de ácido nítrico;

6.5.4.2.3. Titular a suspensão com nitrato de prata 0,1 N SV, determinando o ponto final potenciometricamente;

6.5.4.2.4. Cálculo: Cada 1 mL de nitrato de prata 0,1 N SV equivale a 5,844 mg de cloreto de sódio;

6.5.4.2.5. Máximo de 7,0 %.

6.5.5. Ferro^a

- 6.5.5.1. Determinar em 10 mL da Solução S2;
- 6.5.5.2. Proceder conforme POP DIFIQ MG 012;
- 6.5.5.3. Máximo de 20 ppm.

6.5.6. Metais Pesados^a

- 6.5.6.1. Determinar em 1,0 g da amostra. Proceder conforme Teste D da Farmacopéia Britânica, POP DIFIQ MG 013;
- 6.5.6.2. Preparar solução de referência usando 2 mL solução padrão de chumbo (10 ppm Pb);
- 6.5.6.3. Máximo de 20 ppm.

6.5.7. Perda por Dessecação^a

- 6.5.7.1. Secar 1,0 g da amostra a 130°C por 1,5 horas;
- 6.5.7.2. Máximo de 10%.

6.6. Doseamento^a

- 6.6.1. Misturar 1,0 g da amostra com 20 mL de etanol (80% V/V), agitar por 10 minutos e filtrar;
- 6.6.2. Repetir a operação até que o cloreto tenha sido completamente extraído;
- 6.6.3. Verificar a ausência de cloreto usando uma solução de nitrato de prata a 1,7% (deve ser conservada ao abrigo da luz);
- 6.6.4. Secar o resíduo a 105°C, (aproximadamente 2 minutos) até massa constante;
- 6.6.5. Para 0,7 g de resíduo seco, adicionar 80 mL de ácido acético glacial;
- 6.6.6. Aquecer sob condensador de refluxo por 2 horas;
- 6.6.7. Esfriar a solução até temperatura ambiente;
- 6.6.8. Titular com ácido perclórico 0,1 M determinando potenciometricamente o ponto final, conforme POP DIFIQ MG 092;
- 6.6.9. Realizar a titulação do branco;
- 6.6.10. 1mL de ácido perclórico 0,1 M equivale a 2,299 mg de Na;
- 6.6.11. Critério de aceitação: Entre 2,8% a 4,2% de Na.