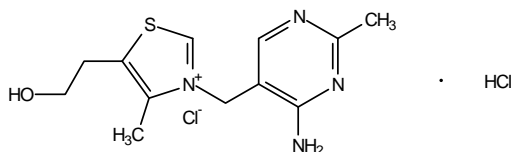


# TIAMINA, CLORIDRATO DE



$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$   
67-03-8

PM: 337,3

**Definição** - Cloridrato de tiamina é o cloridrato do cloreto de 3-[(4-amino-2-metil-5-pirimidinil)metil]-5-(2-hidroxi-etil)-4-metiltiazolio.

Contém, no mínimo, 98,0%, no máximo, 102,0% de  $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ , em relação à substância anidra e deve cumprir com as seguintes especificações.

**Características gerais** - Cristais brancos ou pó cristalino. Quando se expõe ao ar, o produto anidro absorve rapidamente cerca de 4% de água. Funde a aproximadamente 248 °C, com decomposição parcial. Facilmente solúvel em água; solúvel em glicerina; pouco solúvel em álcool; insolúvel em éter.

**Substância química de referência** - Cloridrato de Tiamina SQR-MERCOSUL.

## CONSERVAÇÃO

Em recipientes não metálicos, bem fechados, ao abrigo da luz.

## ENSAIOS

### Identificación

**A.** Absorção no infravermelho (**xxx**). *Em fase sólida.* [NOTA: dessecar previamente a amostra a 105 °C durante 2 horas.]

**B.** A solução aquosa 1:50 (p/v) responde às reações do íon cloreto (**xxx**).

**C.** O tempo de retenção do pico principal obtido com a Solução amostra, no método de *Doseamento*, corresponde àquele do pico principal da Solução padrão.

**pH (xxx).** 2,7 a 3,4. Determinar em solução aquosa a 1% (p/v).

**Água (xxx).** Titulação volumétrica direta. No máximo 5,0%.

**Determinação de resíduo por ignição (cinzas sulfatadas) (xxx).** Determinar em 1 g da amostra. No máximo 0,2%. [a ser avaliado pelo CTT de IFAS]

**Metais pesados (xxx).** *Método xx.* No máximo 0,002% (20 ppm). [a ser avaliado pelo CTT de IFAS]

**Absorção de luz.** Dissolver 1,0 g de cloridrato de tiamina em 10 mL de água e filtrar em funil sinterizado de porosidade fina. A absorção desta solução, medida em célula de 1 cm, a 400 nm, medido em espectrofotômetro, não excede a 0,025. Utilizar água como branco.

**Nitrato.** Adicionar em tubo de ensaio 2 mL de solução aquosa de cloridrato de tiamina 2% (p/v), adicionar 2 mL de ácido sulfúrico, resfriar e adicionar lentamente pelas paredes do tubo, sem misturar, 2 mL de sulfato ferroso SR. Nenhum anel castanho é produzido na interface das duas camadas.

### Pureza cromatográfica.

*Solução A, Solução B e Fase móvel* - Proceder conforme descrito em *Doseamento*.

*Sistema cromatográfico* - Utilizar *cromatógrafo a líquido* provido de detector ultravioleta a 254 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3 µm a 10 µm); fluxo da Fase móvel de 0,75 mL/minuto.

*Solução amostra:* dissolver quantitativamente uma quantidade exatamente pesada da amostra em Fase móvel, de modo a obter uma solução a 1,0 mg/mL.

*Procedimento* - injetar 10 µL da Solução amostra e registrar o cromatograma por, no mínimo, três vezes o tempo de retenção do pico principal. Medir as áreas sob os picos. A soma da área sob os picos secundários não é maior que 1,0% do total das áreas de todos os picos presentes no cromatograma.

## DOSEAMENTO

Utilizar cromatógrafo a líquido provido de detector ultravioleta a 254 nm; coluna de 150 mm de comprimento e 4 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada a grupo octadecilsilano (3 µm a 10 µm); fluxo da Fase móvel de 1 mL/minuto.

[NOTA: O fluxo pode ser ajustado segundo a necessidade para se obter um tempo de retenção de aproximadamente 12 minutos para o cloridrato de tiamina].

*Solução A:* preparar uma solução de 1-octanossulfonato de sódio a 0,005 M em ácido acético 1% (v/v).

*Solução B:* mistura de metanol e acetonitrila (60:40).

*Fase móvel - Solução A e Solução B (60:40).* Filtrar e desgaseificar.

*Solução de padrão interno:* transferir 2 mL de benzoato de metila para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com metanol e homogeneizar.

*Solução padrão:* dissolver quantidade exatamente pesada de cloridrato de tiamina SQR-MERCOSUL em *Fase móvel* de modo a obter solução contendo aproximadamente 1 mg/mL. Transferir 20 mL para balão volumétrico de 50 mL, adicionar 5 mL da *Solução de padrão interno*, completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar de modo a obter uma solução contendo aproximadamente 400 µg/mL.

*Solução amostra:* pesar, exatamente, cerca de 200 mg da amostra, transferir para balão volumétrico de 100 mL, completar o volume com *Fase móvel* e homogeneizar. Transferir 10 mL para balão volumétrico de 50 mL, adicionar 5 mL da *Solução padrão interno*, completar o volume com fase móvel e homogeneizar de modo a obter uma solução contendo 400 µg/mL.

**Adequabilidade do sistema:** Injetar a *Solução padrão* e registrar as respostas dos picos segundo descrito em *Procedimento*. A resolução entre os picos correspondentes à tiamina e ao benzoato de metila não é menor que 4,0. O fator de cauda do pico correspondente à tiamina não é maior que 2,0. A eficiência da coluna para o pico correspondente à tiamina não é menor que 1500 pratos teóricos. O desvio padrão relativo das áreas de replicatas dos picos registrados não é maior que 2,0%.

*Procedimento:* injetar, separadamente, volumes iguais (aproximadamente 10 µL) da *Solução padrão* e da *Solução amostra*, registrar os cromatogramas e medir as áreas sob os picos correspondentes à tiamina e ao benzoato de metila. Calcular o teor de C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>CIN<sub>4</sub>OS.HCl na amostra, a partir das respostas obtidas para a relação tiamina/benzoato de metila com a *Solução padrão* e com a *Solução amostra*.

**NOTA:**

1. Verificar no doseamento se é possível injetar 20 µl e o tempo de retenção com a coluna de 150 mm.

2. CONSULTAR O CTT DE IFAS SOBRE A INCLUSÃO OU NÃO DAS FORMULAS EM VALORACIÓN/PUREZA CROMATOGRÁFICA