

FARMACOPEIA MERCOSUL: DETERMINAÇÃO DE NITRÓGENO

TENDO EM VISTA: O Tratado de Assunção, o Protocolo de Ouro Preto e as Resoluções Nº 31/11 e 22/14 do Grupo Mercado Comum.

CONSIDERANDO:

Que a Farmacopeia MERCOSUL tem como objetivo estabelecer requisitos mínimos de qualidade e segurança dos insumos para a saúde, especialmente dos medicamentos, apoiando as ações de regulação sanitária e promovendo o desenvolvimento técnico, científico e tecnológico regional.

Que as especificações farmacopeicas estabelecem, por meio de monografias, requisitos mínimos para o controle de segurança e qualidade dos insumos, especialidades farmacêuticas, plantas medicinais e derivados produzidos ou utilizados nos Estados Partes.

Que as especificações farmacopeicas são utilizadas como parâmetro para as ações de vigilância sanitária, incluindo o registro de medicamentos, inspeções e análises laboratoriais.

Que a Farmacopeia MERCOSUL e a produção de padrões próprios de qualidade favorecem o desenvolvimento científico e tecnológico dos Estados Partes, contribuindo para a diminuição da dependência de fornecedores estrangeiros e promovendo a indústria regional.

Que a Farmacopeia MERCOSUL deve ser primordialmente sanitária, com foco na saúde pública, e apresentar uma metodologia analítica acessível aos Estados Partes, buscando seu reconhecimento e respeitabilidade internacional.

Que o diálogo regulatório e a integração entre os Estados Partes promovem o acesso da população a medicamentos com maior qualidade e segurança.

Que o Acordo Nº 08/11 da Reunião de Ministros de Saúde do MERCOSUL constitui um marco de referência para a Farmacopeia MERCOSUL.

**O GRUPO MERCADO COMUM
RESOLVE:**

Art. 1º - Aprovar, no marco do estabelecido na Resolução GMC Nº 22/14, a resolução “Farmacopeia MERCOSUL: Método Geral para Determinação de Nitrogênio”, que consta como Anexo e faz parte da presente Resolução.

Art. 2º - Os Estados Partes indicarão, no âmbito do SGT Nº 11, os organismos nacionais competentes para a implementação da presente Resolução.

Art. 3º - Esta Resolução deverá ser incorporada ao ordenamento jurídico dos Estados Partes antes de...

XLIII SGT Nº 11 – Brasília, 10/IV/15.

ANEXO

DETERMINAÇÃO DE NITRÓGENO

Método I

Na ausência de nitratos e nitritos

Transferir, exatamente, cerca de 1 g de amostra para balão de Kjeldahl de 500 mL. Adicionar 10 g de sulfato de potássio, 0,5 g de sulfato cúprico e 20 mL de ácido sulfúrico. Incliná-lo cerca de 45° e aquecer, lentamente, mantendo a temperatura abaixo do ponto de ebulição enquanto houver desenvolvimento de espuma.

Aumentar a temperatura até a ebulição vívida do ácido e prosseguir com o aquecimento por 30 minutos até a mistura ficar límpida e adquirir cor verde clara. Resfriar, adicionar 150 mL de água, misturar e resfriar novamente. Adicionar, cuidadosamente, 100 mL da solução de hidróxido de sódio 40% (p/v) possibilitando que o álcali escorra pela parede do balão e forme fase independente sob a solução ácida. Adicionar pequena quantidade de zinco granulado; imediatamente, conectar o balão ao bulbo de isolamento previamente fixado ao condensador, e imergir o tubo coletor em 100 mL de solução de ácido bórico 4% (p/v) em erlenmeyer de 500 mL. Homogeneizar a mistura no balão, agitando suavemente e destilar até recolher no erlenmeyer cerca de 80% do volume contido no balão. Adicionar cerca de 5 gotas de mistura de vermelho de metila com azul de metileno SI ao erlenmeyer e titular com hidróxido de sódio 0,5 N (solução titulada). Realizar ensaio em branco e fazer as correções necessárias. Cada mL de ácido clorídrico ou sulfúrico 0,5 N equivale a 7,004 mg de nitrogênio. Para amostras com baixo teor de nitrogênio, substituir ácido clorídrico ou sulfúrico 0,5 N por uma solução 0,1 N. Cada mL de ácido clorídrico ou sulfúrico 0,1 N equivale a 1,401 mg de nitrogênio.

Na presença de nitritos e nitratos

Transferir quantidade exatamente pesada da amostra contendo cerca de 150 mg de nitrogênio para balão de Kjeldahl de 500 mL e adicionar 25 mL de ácido sulfúrico

contendo 1 g de ácido salicílico dissolvido. Misturar e aguardar durante cerca de 30 minutos agitando com frequência. Adicionar 5 g de tiosulfato de sódio, misturar e, em seguida, adicionar 0,5 g de sulfato cúprico. Prosseguir conforme indicado no procedimento anterior a partir de “Inclinar o balão cerca de 45°...”. Quando o teor de nitrogênio na amostra exceder 10%, adicionar, previamente à digestão, 0,5 a 1,0 g de ácido benzóico para facilitar a decomposição da substância.

Método II

Transferir quantidade exatamente pesada da substância correspondente a 2-3 mg de nitrogênio para balão de Kjeldahl compatível com o aparelho. Adicionar 1 g de sulfato de potássio e 0,1 g de sulfato cúprico e, se necessário, lavar os sólidos aderentes ao gargalo com fino jato de água. Adicionar 7 mL de ácido sulfúrico e, em seguida, 1 mL de peróxido de hidrogênio a 30% (v/v) de modo que os líquidos escuram pela parede do balão. Aquecer o frasco e manter a digestão até desaparecimento dos resíduos de carbonização e a preparação azul clara estiver perfeitamente límpida. Cuidadosamente, adicionar 70 mL de água e resfriar. Conectar o balão ao aparelho de destilação e, através do funil, adicionar 30 mL de solução de hidróxido de sódio 40% (p/v) possibilitando que o álcali escorra pela parede do balão e forme fase independente sob a solução ácida. Lavar o funil com água e, imediatamente, iniciar a destilação. Recolher o destilado em um Erlenmeyer de 250 mL contendo 15 mL de solução de ácido bórico 4% (p/v), quantidade de água suficiente para imergir o tubo coletor e 3 gotas de mistura de vermelho de metila. Destilar até que o volume de destilado atinja 80 a 100 mL; remover o frasco coletor, lavar as paredes com pequena quantidade de água e titular com ácido sulfúrico 0,01 N. Realizar ensaio em branco e fazer as correções necessárias. Cada mL de ácido sulfúrico 0,01 N equivale a 0,1401 mg de nitrogênio.