

INFORME TÉCNICO

METILDOPA

SUSTANCIA QUÍMICA DE REFERENCIA

Lote N° 1056

$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1 \frac{1}{2} H_2O$

P. Mol.: 238,2

3-Hidroxi- α -metil-L-tirosina, sesquihidrato.

Descripción: polvo fino blanco.

Espectro de absorción infrarrojo:

Sustancia tal cual.

Disco de KBr.

Concentración: aproximadamente 1 mg de sustancia en 100 mg de KBr.

Equipo: espectrotómetro FT-IR Perkin Elmer, modelo Spectrum BX.

(Ver espectro adjunto).

Contenido de agua: 11,53 % (Determinaciones efectuadas: 4; desviación estándar 0,19).

Determinado por coulombimetría.

Equipo: coulombímetro Metrohm, modelo 652 KF.

Espectro de absorción ultravioleta:

Precauciones: no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

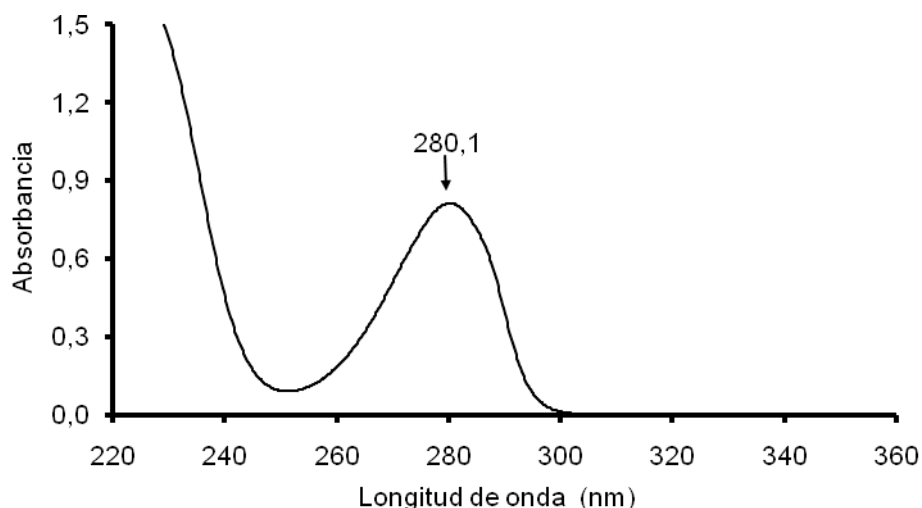
Concentración de la solución: 0,007 % p/v en ácido clorhídrico 0,1 N.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 1.

Barrido UV entre 220 y 360 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2101 PC.



Absorbancia:

Concentración de la solución, disolvente, cubetas, slit, equipo y precauciones ídem espectro de absorción ultravioleta.

λ : 280,1 nm

$A = 0,807$ (Determinaciones efectuadas: 4; desviación estándar: 0,004).

Límite de 3-O-metilmetildopa

Precauciones: las pesadas y las soluciones se realizaron con iluminación atenuada. La solución de la muestra fue preparada y sembrada después de haber sembrado las soluciones testigo de la impureza.

Fase fija: cromatofolio de celulosa sin indicador de fluorescencia, corrido previamente en fase móvil.

Fase móvil: n-butanol – agua – ácido acético glacial (65:25:15).

Disolvente de la muestra y del testigo: metanol.

Volumen sembrado de las soluciones: 20 μ l.

Sustancia A (muestra): Metildopa.

Concentración de la solución A_1 : 10 mg/ml

Cantidad sembrada a_1 : 200 μ g.

Sustancia B (testigo): 3-O-metilmetildopa Estándar USP, Lote H0H319.

Concentración de la solución B_1 : 0,05 mg/ml

Cantidad sembrada b_1 : 1 μ g.

Concentración de la solución B_2 : 0,025 mg/ml

Cantidad sembrada b_2 : 0,5 μ g.

Condiciones de desarrollo: cámara con recubrimiento interno de papel de filtro, saturada durante 1 hora y 10 min.

Corrida de 16 cm a partir del punto de siembra.

Reveladores: reactivos 1 y 2, recientemente preparados.

Reactivo revelador 1: se mezclan 90 ml de Solución A y 10 ml de Solución B.

Solución A: se disuelve 0,3 g de p-nitroanilina en 100 ml de ácido clorhídrico 10 N y se protege la solución de la luz.

Solución B: se disuelven 2,5 g de nitrito de sodio en 50 ml de agua.

Reactivo revelador 2: se disuelven 25 g de carbonato de sodio en 100 ml de agua.

Pulverizar la placa con el reactivo 1, secar con corriente de aire caliente hasta no percibir olor a ácido acético y luego pulverizar con el reactivo 2.

Resultado:

Rf de la mancha principal $\cong 0,39$

Rf de la mancha del testigo de 3-O-metilmetildopa $\cong 0,56$

Para las cantidades sembradas a_1 , b_1 , y b_2 se detectan las manchas correspondientes.

Para la cantidad sembrada a_1 se detectan la mancha principal y una mancha secundaria de Rf $\cong 0,56$ que se corresponde en Rf con el testigo de 3-O-metilmetildopa de intensidad menor a b_2 , es decir, menor a 0,25 %.

Valoración: 100,1 %, calculado sobre la sustancia anhidra. (Determinaciones efectuadas: 87).

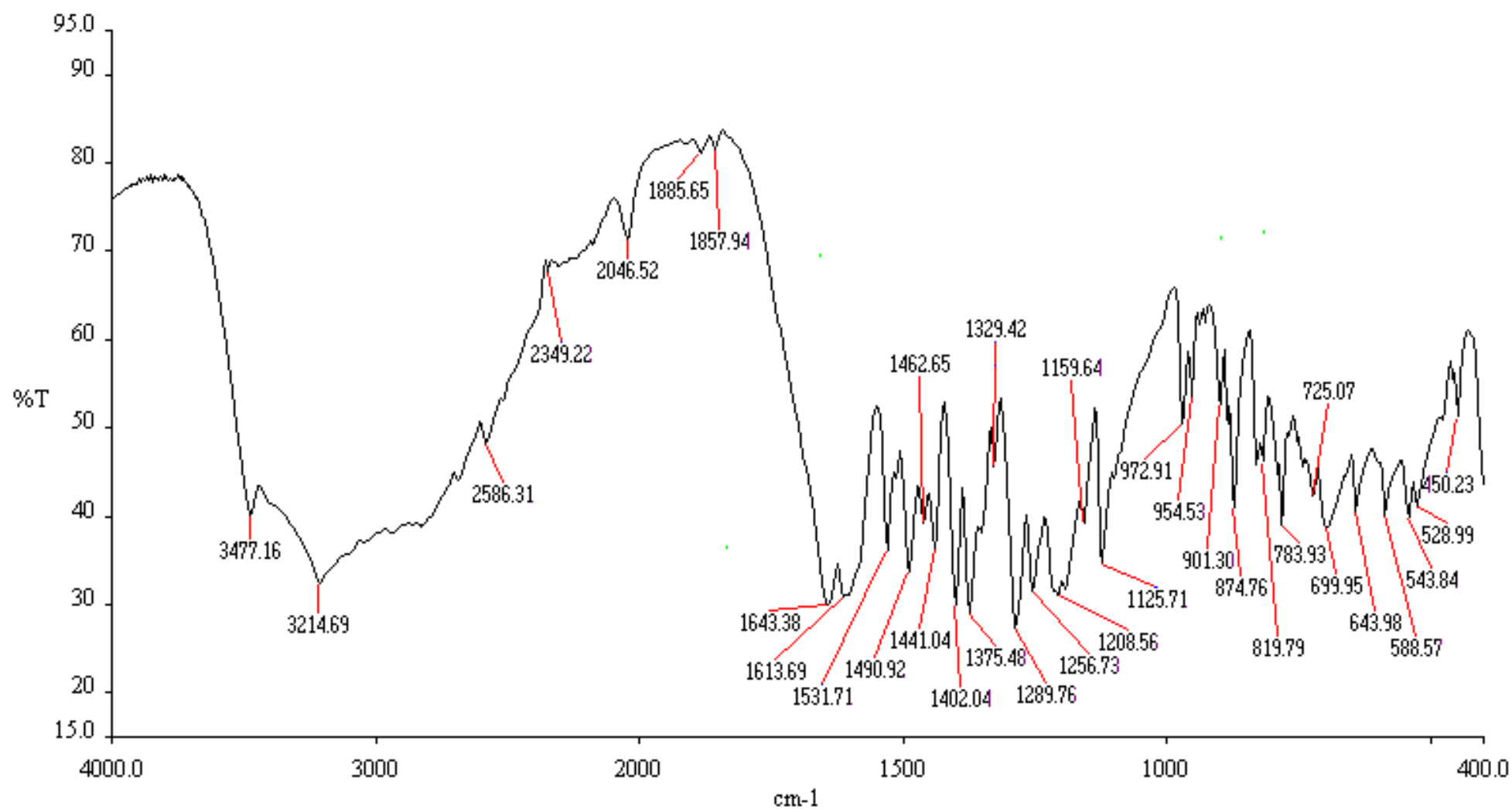
Método: titulación potenciométrica con solución de ácido perclórico 0,1 N.

Conservación: esta Sustancia de Referencia debe conservarse en envase herméticamente cerrado al abrigo de la luz, a una temperatura de $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ y en ambiente de baja humedad.

Uso

La Sustancia Química de Referencia Metildopa está destinada exclusivamente a ser usada en ensayos y valoraciones químicas y no debe ser utilizada para consumo humano o animal. El riesgo y las eventuales consecuencias de su uso con propósitos diferentes al previsto será exclusiva responsabilidad del usuario.

Esta Sustancia de Química de Referencia proveniente de la Farmacopea Brasileña, ha sido reconocida por la ANMAT mediante Disposición N° 2604/2010.



Metildopa – Sustancia de Referencia Farmacopea Brasileña – Farmacopea Argentina