

**INSTITUTO NACIONAL DE MEDICAMENTOS (INAME)**

AV. CASEROS 2161

1264 BUENOS AIRES

FAX 5411-4340-0853

REPUBLICA ARGENTINA

## NICOTINAMIDA

Sustancia de Referencia para Ensayos Físico-Químicos

(Control N° 181014)

3-Piridincarboxamida

$C_6H_6N_2O$

P. Mol.: 122,12

**Descripción:** polvo blanco cristalino.

**Rango de fusión:** 127,5 - 129,0 °C.

Equipo: microscópio para termomicroanálisis Thermopan-Reichert.

**Pérdida por desecación en estufa de vacío:** 0,09 %.

Temperatura: ambiente.

Presión: no mayor de 5 mm de Hg.

Tiempo: 48 horas.

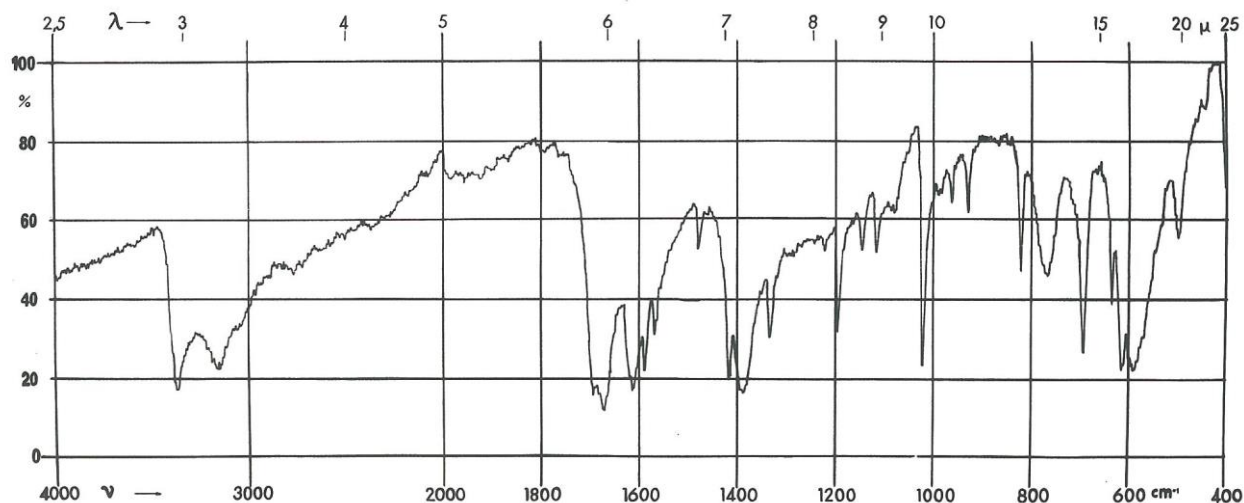
Condiciones: sobre  $P_2O_5$ .

**Espectro de absorción infrarrojo:**

Disco de KBr.

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

Equipo: Perkin Elmer IR 225.



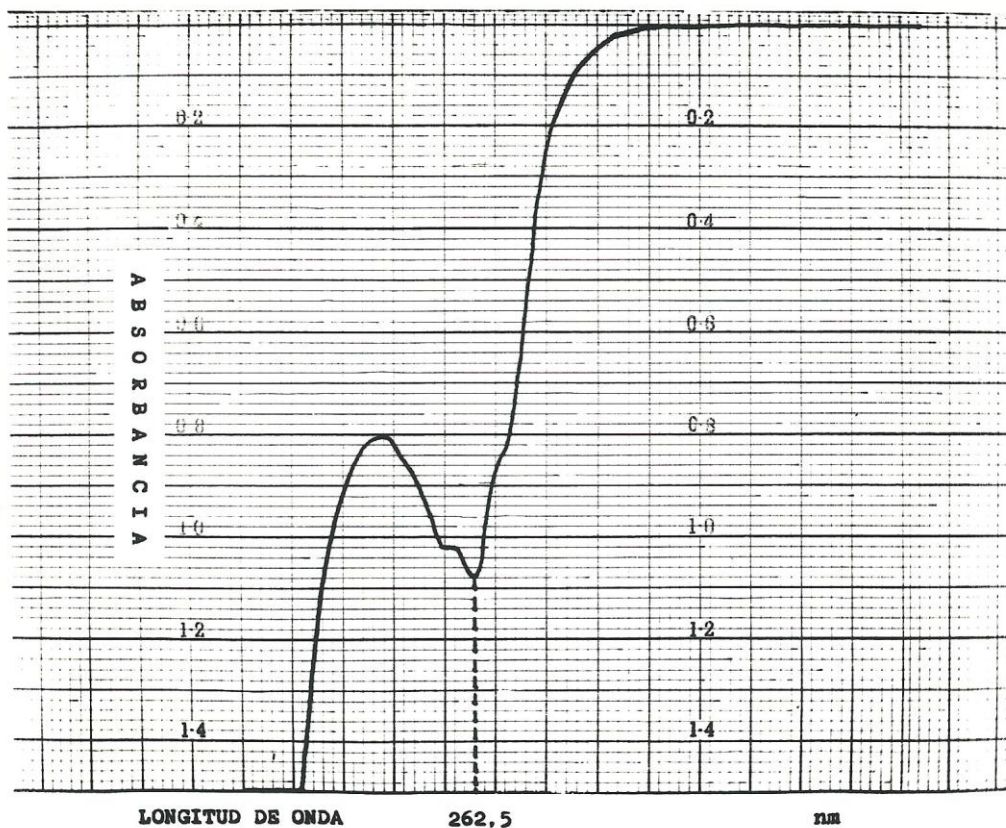
### Espectro de absorción ultravioleta:

Concentración de la solución: 0,0046 % p/v en alcohol etílico de 96°.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Barrido UV entre 220 y 350 nm.

Equipo: espectrofotómetro Perkin Elmer, modelo 402.



### Absorción en el ultravioleta:

Concentración de la solución: 0,0025 % p/v en alcohol etílico de 96°.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

$A_{262,5 \text{ nm}} = 0,599$ .

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo QV-50.

**pH:** 6,6

Determinado en solución al 10 % p/v libre de dióxido de carbono.

**Metales pesados:** < 10 ppm, expresados como Pb.

Método: Farmacopea Argentina VI Ed., ensayo I.

**Cloruros:** < 0,007 %.

Método: Farmacopea Argentina VI Ed; adaptado por el Departamento de Normatización.

**Sulfatos:** < 0,02 %.

Método: Farmacopea Argentina VI Ed; adaptado por el Departamento de Normatización.

**Cenizas sulfúricas:**  $\leq 0,03$  %.

Método Farmacopea Francesa IX Ed.

**Sustancias fácilmente carbonizables:** cumple el ensayo.

Método: Farmacopea Argentina VI Ed.

**Compuestos de núcleo nitrado:** cumple el ensayo

Método: Farmacopea Helvética VI Ed.

**Cromatografía en capa delgada:**

Cromatografía ascendente.

Fase fija: gel de sílice – cromatofolio PL de gel de sílice 60 F<sub>254</sub> Merck, Art. 5735.

Espesor de la capa: 200 µ.

Fase móvil: cloroformo - alcohol etílico de 96° - agua (48+45+4).

Disolvente de la muestra y del testigo: alcohol etílico de 96°.

Sustancia A: Nicotinamida.

Concentración de la solución A: 50 mg/ml.

Volumen sembrado de la solución A: a) 5 µl, b) 10 µl y c) 20 µl.

Cantidad sembrada: a) 250 µg, b) 500 µg y c) 1000 µg.

Sustancia B: ácido nicotínico, Sustancia Química de Referencia, suministrada por la Organización Mundial de la Salud (control N° 179091).

Concentración de la solución B: 0,5 mg/ml.

Volumen sembrado de la solución B: d) 1 µl y e) 2 µl.

Cantidad sembrada: d) 0,5 µg y e) 1 µg.

Condiciones de desarrollo: cámara previamente saturada y corrida de 15 cm a partir del punto de siembra.

Revelador: a) Luz UV de 254 nm; b) Vapores de yodo.

Resultado: R<sub>f</sub> de la mancha principal  $\cong$  0,48.

Con luz UV de 254 nm se detecta la mancha principal y una impureza de R<sub>f</sub>  $\cong$  0,16 que corresponde al ácido nicotínico. Para las tres cantidades sembradas se detecta la presencia de dicho ácido que por comparación con d) y e) fue estimado como menor que 0,05 %.

Con vapores de yodo se detectan la mancha principal (no así el ácido nicotínico).

Para las tres cantidades sembradas se detecta una segunda impureza de R<sub>f</sub>  $\cong$  0,54, además en el punto de siembra se detecta una tercera impureza y con R<sub>f</sub> inferior al del ácido nicotínico, se detecta una cuarta impureza, desconociéndose el origen de estas tres últimas.

**Valoración:** 100,0 % (calculado para la sustancia desecada; desviación estándar 0,1; determinaciones efectuadas: 13).

Método: titulación potenciométrica en medio no acuoso empleando HClO<sub>4</sub> 0,1 N como valorante.

Farmacopea Internacional III Ed.

**Conservación:** esta Sustancia de Referencia debe conservarse al abrigo de la luz, en envase herméticamente cerrado, a 5 °C  $\pm$  3 °C y en ambiente de baja humedad.

**Uso:** la Sustancia de Referencia Nicotinamida está destinada exclusivamente a ser usada en ensayos físico-químicos 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.

## **INSTITUTO NACIONAL DE MEDICAMENTOS (INAME)**

AV. CASEROS 2161

1264 BUENOS AIRES

FAX 5411-4340-0853

REPUBLICA ARGENTINA

# **NICOTINAMIDA**

Sustancia de Referencia para Ensayos Físico-Químicos

(Control N° 181014)

### **METODOS ADAPTADOS**

#### **Cloruros:**

Pesar 0,5 g de Nicotinamida y transferir cuantitativamente a un tubo de Nessler, disolver con agua destilada y diluir aproximadamente a 40 ml. Agregar 1 ml de ácido nítrico, 1 ml de solución de nitrato de plata (R), y completar el volumen a 50 ml con agua destilada. Agitar y dejar en reposo durante 5 minutos al abrigo de la luz. La turbidez producida, si la hubiera, no deberá ser más intensa que la de un testigo preparado paralelamente con 0,1 ml de solución de ácido clorhídrico 0,01 N, aproximadamente 40 ml de agua destilada, etc. (limite: 70 ppm; 0,007 %).

#### **Sulfatos:**

Pesar 0,5 g de Nicotinamida y transferir cuantitativamente a un tubo de Nessler, disolver con agua destilada y diluir aproximadamente a 40 ml. Agréguese 1 ml de solución de ácido clorhídrico diluido (R), 3 ml de solución de cloruro de bario (R), y completar el volumen a 50 ml con agua destilada. Agitar y dejar en reposo durante 10 minutos. La turbidez producida, si la hubiera, no deberá ser más intensa que la de un testigo preparado paralelamente con 0,2 ml de solución de ácido sulfúrico 0,01 N, aproximadamente 40 ml de agua destilada, etc. (limite: 200 ppm; 0,02 %).