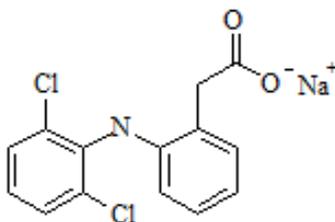


## DICLOFENACO SÓDICO

*Diclofenacum natricum*



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ ; 318,13  
diclofenaco sódico; 02930  
2-[2-(2,6-dicloroanilino)fenil]acetato de sódio  
[15307-79-6]

Contém, no mínimo, 99,0% e, no máximo, 101,0% de  $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ , em relação à substância dessecada.

### DESCRIÇÃO

**Características físicas.** Pó cristalino de coloração branca ou quase branca. Higroscópico.

**Solubilidade.** Facilmente solúvel em álcool metílico, solúvel em álcool etílico e ligeiramente solúvel em água.

### IDENTIFICAÇÃO

**A.** No espectro de absorção no infravermelho (5.2.14) da amostra, dispersa em brometo de potássio, há máximos de absorção somente nos mesmos comprimentos de onda e com as mesmas intensidades relativas daqueles observados no espectro de diclofenaco sódico SQR, preparado de maneira idêntica.

**B.** Pesar 10 mg da amostra e solubilizar em 10 mL de álcool etílico R. A 1 mL da solução obtida transferir 0,2 mL de uma solução previamente preparada contendo quantidades iguais de ferricianeto de potássio 0,6% e cloreto férrico 0,9%. Manter em repouso e protegido da luz por cinco minutos. Adicionar 3 mL de uma solução de ácido clorídrico 1,0% e manter em repouso e protegido da luz por mais 15 minutos. Surge cor azul e formação de precipitado.

**C.** A preparação obtida em *Aspecto da preparação* a 5% (p/v) satisfaz às reações de íon sódio (5.3.1.1).

### ENSAIOS DE PUREZA

**Aspecto da preparação.** Preparar solução da amostra a 5% (p/v) em álcool metílico. A preparação obtida é límpida (5.2.25) e a absorvidade (5.2.14) em 440 nm é, no máximo, 0,05.

**Substâncias relacionadas.** Proceder conforme descrito em *Cromatografia a líquido de alta eficiência* (5.2.17.4). Utilizar cromatógrafo provido de detector ultravioleta a 254 nm; coluna de 250 mm de comprimento e 4,6 mm de diâmetro interno, empacotada com sílica quimicamente ligada ao grupo octadecilsilano (5 µm); mantida à temperatura ambiente; fluxo da *Fase móvel* de 1,0 mL/minuto.

**Tampão fosfato pH 2,5:** homogeneizar volumes iguais de ácido fosfórico 0,01 M e fosfato de sódio monobásico 0,01 M. Se necessário ajustar o pH para  $2,5 \pm 0,2$  com componente apropriado.

**Fase móvel:** mistura de álcool metílico e tampão fosfato pH 2,5 (70:30), filtrada e desgaseificada.

**Solução diluente:** mistura de álcool metílico e água (70:30).

**Solução padrão:** preparar, com exatidão, solução a 0,75 mg/mL de diclofenaco impureza A SQR em álcool metílico. Diluir quantidade adequada dessa solução em *Solução diluente* de modo a obter solução a 1,5 µg/mL.

**Solução resolução:** preparar, com exatidão, uma solução em *Solução diluente* contendo 20 µg de dietilftalato, 7,5 µg diclofenaco impureza A SQR e 0,75 mg de diclofenaco SQR por mL.

**Solução amostra:** preparar, com exatidão, solução a 0,75 mg/mL de diclofenaco sódico em *Solução diluente*.

**Procedimento:** injetar, separadamente, 10 µL da *Solução padrão* e da *Solução amostra*. Registrar todos os cromatogramas por um período correspondente a 2,5 vezes o tempo de retenção de diclofenaco SQR. Calcular a porcentagem de diclofenaco impureza A SQR em relação à diclofenaco sódico, por meio da seguinte fórmula:

$$10(C/W)(r_u/r_s)$$

em que *C* é a concentração em µg/mL de diclofenaco impureza A SQR na *Solução padrão*; *W* é a quantidade em mg de diclofenaco sódico na *Solução amostra*; e *r<sub>u</sub>* e *r<sub>s</sub>* são as respostas obtidas para os picos de diclofenaco impureza A SQR na *Solução amostra* e na *Solução padrão*, respectivamente. A porcentagem encontrada é, no máximo, 0,2%. Calcular a porcentagem para qualquer outra impureza presente por meio da seguinte fórmula:

$$10(C/W)(r_i/r_s)$$

Em que *r<sub>i</sub>* é a resposta obtida para a impureza na *Solução amostra* e os demais termos são os mesmos descritos anteriormente. A porcentagem encontrada é, no máximo, 0,2%. O somatório de todas as porcentagens obtidas é, no máximo, 0,5%.

**pH (5.2.19).** 7,0 a 8,5. Determinar em solução a 1,0% (p/v).

**Perda por dessecação (5.2.9.1).** Determinar em 1,0 g da amostra. Dessecar a 105 °C por três horas. No máximo 0,5%.

## TESTES DE SEGURANÇA BIOLÓGICA

**Contagem do número total de micro-organismos mesofílicos (5.5.3.1.2).** Cumpre o teste.

**Pesquisa de micro-organismos patogênicos (5.5.3.1.3).** Cumpre o teste.

## DOSEAMENTO

Pesar, com exatidão, cerca de 0,25 g da amostra previamente dessecada e solubilizar em 50 mL de ácido acético glacial. Titular com ácido perclórico 0,1 M e determinar o ponto final

potenciometricamente. Fazer prova em branco e correções, se necessário. Cada mL de ácido perclórico 0,1 *M* equivale a 31,81 mg de diclofenaco sódico.

#### EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO

Em recipientes bem fechados, protegidos da luz.

#### ROTULAGEM

Observar a legislação vigente.

#### CLASSE TERAPÊUTICA

Anti-inflamatório.