

Minuta de Consulta Pública nº 568, de 16 de Outubro de 2018

D.O.U. de 10/10/2018

A Diretoria Colegiada da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, no uso das atribuições que lhe confere os arts 7º, III e IV, 15, III e IV da Lei nº 9.782, de 26 de janeiro de 1999, o art. 53, III, §§ 1º e 3º do Regimento Interno aprovado nos termos do Anexo I da Resolução da Diretoria Colegiada - RDC nº 61, de 3 de fevereiro de 2016, resolve submeter à consulta pública, para comentários e sugestões do público em geral, proposta de ato normativo em Anexo, determino a sua publicação.

Art. 1º Fica estabelecido o prazo de 30 (trinta) dias para envio de comentários e sugestões ao texto da proposta de revisão de método geral e monografias da 5ª edição da Farmacopeia Brasileira por meio da incorporação de correções, conforme Anexo.

Parágrafo único. O prazo de que trata este artigo terá início 7 (sete) dias após a data de publicação desta Consulta Pública no Diário Oficial da União.

Art. 2º A proposta de ato normativo estará disponível na íntegra no portal da Anvisa na internet e as sugestões deverão ser enviadas eletronicamente por meio do preenchimento de formulário específico, disponível no endereço: http://formsus.datasus.gov.br/site/formulario.php?id_aplicacao=42584

§1º As contribuições recebidas são consideradas públicas e estarão disponíveis a qualquer interessado por meio de ferramentas contidas no formulário eletrônico, no menu “resultado”, inclusive durante o processo de consulta.

§2º Ao término do preenchimento do formulário eletrônico será disponibilizado ao interessado número de protocolo do registro de sua participação, sendo dispensado o envio postal ou protocolo presencial de documentos em meio físico junto à Agência.

§3º Em caso de limitação de acesso do cidadão a recursos informatizados será permitido o envio e recebimento de sugestões por escrito, em meio físico, durante o prazo de consulta, para o seguinte endereço: Agência Nacional de Vigilância Sanitária/ Coordenação da Farmacopeia - COFAR, SIA trecho 5, Área Especial 57, Brasília-DF, CEP 71.205-050.

§4º Excepcionalmente, contribuições internacionais poderão ser encaminhadas em meio físico, para o seguinte endereço: Agência Nacional de Vigilância Sanitária/Assessoria de Assuntos Internacionais – AINTE, SIA trecho 5, Área Especial 57, Brasília-DF, CEP 71.205-050.

Art. 3º Findo o prazo estipulado no art. 1º, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária promoverá a análise das contribuições e, ao final, publicará o resultado da consulta pública no portal da Agência.

Parágrafo único. A Agência poderá, conforme necessidade e razões de conveniência e oportunidade, articular-se com órgãos e entidades envolvidos com o assunto, bem como aqueles que tenham manifestado interesse na matéria, para subsidiar posteriores discussões técnicas e a deliberação final da Diretoria Colegiada.

O presente documento segue assinado eletronicamente pelo Diretor-Presidente da Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Anvisa.

ANEXO PROPOSTA EM CONSULTA PÚBLICA

Processo nº: 25351.909953/2016-88

Assunto: Proposta de revisão de método geral e monografias da 5ª edição da Farmacopeia Brasileira por meio da incorporação de correções.

Agenda Regulatória 2017-2020: Tema nº 12.1- Compêndios da Farmacopeia Brasileira

Regime de Tramitação: Comum

Área responsável: Coordenação da Farmacopeia – COFAR

Diretor Relator: William Dib

~~5.2.9 DETERMINAÇÃO DA PERDA POR DESSECAÇÃO~~ 5.2.9 DETERMINAÇÃO DA PERDA DE PESO

5.2.9.1 Perda por dessecação

Esse ensaio se destina a determinar a quantidade de substância volátil de qualquer natureza eliminada nas condições especificadas na monografia individual. Para substâncias que têm água como único constituinte volátil é apropriado aplicar o procedimento indicado no capítulo *Determinação de água* (5.2.20). O resultado se expressa em porcentagem p/p, calculado da seguinte forma:

$$\frac{(P_u - P_s)}{P_m} \times 100$$

em que

P_m = peso da amostra (g);

P_u = peso do pesa-filtro contendo a amostra antes da secagem (g);

P_s = peso do pesa-filtro contendo a amostra depois da secagem (g).

PROCEDIMENTO

Gravimetria

Se não estiver especificado de outra maneira na monografia individual, proceder como se indica a seguir:

Se necessário, reduzir a substância a pó fino triturando-a rapidamente. Pesar uma quantidade aproximada entre 1 g a 2 g da substância, de forma exata, em um pesa-filtro previamente dessecado durante 30 minutos, nas mesmas condições que são empregadas no ensaio da amostra, e resfriado à temperatura ambiente em um dessecador.

Distribuir a amostra o mais uniformemente possível, agitando suavemente o pesa-filtro de modo que se forme uma camada de aproximadamente 5 mm de espessura e, no máximo, 10 mm em caso de materiais volumosos. Colocar o pesa-filtro contendo a amostra, destampado, junto com a tampa na câmara de secagem. Secar a amostra nas condições especificadas na monografia. (*Nota: a temperatura especificada na monografia deve ser considerada como compreendida no intervalo de ± 2 °C*). Abrir a câmara de secagem, tampar o pesa-filtro rapidamente, retirá-lo e permitir que atinja a temperatura ambiente em um dessecador antes de pesá-lo.

Quando na monografia individual se especificar a dessecação até peso constante, a secagem deverá continuar até que duas pesagens consecutivas não difiram em mais que 0,50 mg por grama de substância pesada, realizando a segunda pesagem depois de uma hora adicional de secagem.

Se a substância funde a uma temperatura inferior àquela especificada para a determinação da perda por secagem, manter o pesa-filtro com seu conteúdo durante uma a duas horas a uma temperatura de 5 °C a 10 °C inferior à temperatura de fusão e depois secar à temperatura especificada.

Para a análise de cápsulas, utilizar uma porção do conteúdo homogeneizado de, no mínimo, quatro unidades. No caso de comprimidos, utilizar o pó de, no mínimo, quatro unidades.

Quando na monografia individual estiver indicado:

- *secagem a vácuo*, deverá ser utilizado um dessecador ao vácuo, uma estufa de secagem ao vácuo ou outro aparato adequado;
- *secar a vácuo em um frasco com tampa munida de perfuração capilar*, deverá ser utilizado um frasco ou tubo com tampa capilar de (225 ± 25) µm de diâmetro e a câmara de aquecimento deverá ser mantida a uma pressão de 5 mm de mercúrio ou menor. Ao final do período de aquecimento, deixar entrar ar seco na câmara, retirar o frasco e, com a tampa ainda no seu lugar, permitir que se resfrie até a temperatura ambiente em um dessecador antes de pesar;
- *secagem em um dessecador*, deverão ser tomadas as precauções necessárias para garantir que o agente dessecante se mantenha ativo. Dentre os agentes dessecantes mais frequentes estão o cloreto de cálcio, sílica gel e pentóxido de fósforo.

Termogravimetria

No caso em que a monografia individual especificar que a perda por dessecação deva ser realizada por análise termogravimétrica, proceder conforme descrito em *Análise térmica (5.2.27)*.

Balança infravermelha ou com lâmpada halógena

No caso em que a monografia individual especificar que a perda por dessecação deva ser realizada com balança infravermelha ou com lâmpada halógena, proceder como se indica a seguir:

- Retirar a umidade do equipamento;

- Pesar a quantidade da substância a ser analisada e distribuir uniformemente o material no coletor de amostra, e colocá-lo dentro do aparato;
- Definir o tempo e a temperatura de secagem como estiver estabelecido na monografia individual. Registrar o valor da umidade obtido.

5.2.9.2 Perda por ignição

Esse ensaio se destina a determinar a quantidade de substância que é volatilizada e expulsa nas condições especificadas na monografia. O procedimento geralmente não é destrutivo para a substância sob análise; entretanto, a substância pode ser convertida em outra forma, como um anidrido ou óxido. O resultado se expressa em porcentagem p/p, calculado da seguinte forma:

$$\frac{Pu - Ps}{Pm} \times 100$$

em que

Pm = peso da amostra (g);

Pu = peso do cadinho contendo a amostra antes da ignição (g);

Ps = peso do cadinho contendo a amostra depois da ignição (g).

PROCEDIMENTO

A não ser que se especifique de outra maneira na monografia individual proceder como se indica a seguir:

No caso de ser necessário, reduzir a substância a pó fino triturando-o rapidamente. Pesar, com exatidão, uma quantidade aproximada entre 1 a 2 g da substância sem tratamento adicional, a menos que uma secagem preliminar a uma temperatura mais baixa, ou outro tratamento especial, seja especificada na monografia individual, de forma exata, em cadinho (como exemplo: platina, porcelana, sílica, quartzo) previamente calcinado à 500 °C, esfriado em dessecador e tarado. Distribuir a amostra o mais uniformemente possível, agitando suavemente o cadinho de modo que se forme uma camada de aproximadamente 5 mm de espessura e não mais que 10 mm em caso de materiais volumosos. Colocar o cadinho em equipamento calibrado para o controle da temperatura, por exemplo mufla, e conduza a ignição à 500 °C ± 25 °C por um período de tempo entre 2 e 3 horas. Abrir o equipamento, retirar o cadinho e permitir que atinja a temperatura ambiente em um dessecador antes de pesá-lo.

Quando na monografia individual se especificar a ignição até peso constante, a ignição deverá continuar até que duas pesagens consecutivas não difiram em mais que 0,50 mg por grama de substância pesada, realizando a segunda pesagem depois de uma hora adicional de ignição.

Comprovar a exatidão da medição e o sistema de circuitos do forno mufla mediante o controle da temperatura em diferentes pontos do forno mufla. A variação de temperatura tolerada é de ± 25 °C para cada ponto avaliado.

MONOGRAFIAS:

As monografias elencadas na tabela abaixo foram reavaliadas e identificou-se a necessidade de implementação das modificações listadas devido à inclusão do ensaio “Perda por ignição (5.2.9.2)” na 6ª. edição da Farmacopeia Brasileira.

Monografia	Onde se lê:	Leia-se:
calamina	Cinzas sulfatadas (5.2.10). Pesar cerca de 2 g da amostra, calcinar a 500 °C até peso constante. No máximo 2,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Pesar cerca de 2 g da amostra, calcinar a 500 °C até peso constante. No máximo 2,0%.
fosfato de alumínio	Cinzas sulfatadas (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar a 800 °C, até peso constante. Entre 10% e 20%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar a 800 °C, até peso constante. Entre 10% e 20%.
fosfato de cálcio dibásico di-hidratado	Perda por dessecação (5.2.9). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar entre 800 °C e 825 °C até peso constante. Entre 24,5% e 26,5%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar entre 800 °C e 825 °C até peso constante. Entre 24,5% e 26,5%.
fosfato de cálcio tribásico	Resíduo por incineração (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a 800 ± 25 °C até peso constante. No máximo 8,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a 800 ± 25 °C até peso constante. No máximo 8,0%.

hidróxido de cálcio	Resíduo por incineração (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a 900 ± 25 °C até peso constante. No máximo 34,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a 900 ± 25 °C até peso constante. No máximo 34,0%.
hidróxido de magnésio	Resíduo por incineração (5.2.10). Determinar em 0,5 g da amostra. Aquecer, gradativamente, até $900 \text{ °C} \pm 25$ °C e calcinar até peso constante. No máximo 41,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 0,5 g da amostra. Aquecer, gradativamente, até $900 \text{ °C} \pm 25$ °C e calcinar até peso constante. No máximo 41,0%.
óxido de magnésio	Resíduo por incineração (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a $900 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 10,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a $900 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 10,0%.
óxido de zinco	Resíduo por incineração (5.2.10). Determinar em 1 g de amostra. Incinerar em mufla a $850 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 1,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g de amostra. Incinerar em mufla a $850 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 1,0%.
sulfato de bário	Resíduo por incineração. (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a $600 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 2,0%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla a $600 \text{ °C} \pm 25$ °C até peso constante. No máximo 2,0%.
sulfato de cálcio	Perda por dessecação (5.2.10). Determinar em temperatura mínima de 250 °C, até peso constante. Para a forma di-hidratada, a perda está compreendida entre 19,0% e 23,0%. Para a forma anidra, no máximo, 1,5%.	Perda por ignição (5.2.9.2). Determinar em temperatura mínima de 250 °C, até peso constante. Para a forma di-hidratada, a perda está compreendida entre 19,0% e 23,0%. Para a forma anidra, no máximo, 1,5%.
nitrate de prata	Resíduo por incineração. (5.2.10). Determinar em 1 g da amostra. Incinerar em mufla entre 850 °C e 900 °C até peso constante. No máximo 12,0%.	Excluído o teste Resíduo por incineração (5.2.10)