

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

COMENTARIOS

Con fundamento en el numeral 4.11.1 de la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SSA1-2010, se publica el presente proyecto a efecto de que los interesados, a partir del 1º de febrero y hasta el 31 de marzo de 2020, lo analicen, evalúen y envíen sus observaciones o comentarios en idioma español y con el sustento técnico suficiente ante la CPFEUM, sito en Río Rhin número 57, colonia Cuauhtémoc, código postal 06500, Ciudad de México. Fax: 5207 6890
Correo electrónico: consultas@farmacopea.org.mx.

DATOS DEL PROMOVENTE

Nombre: _____
Institución o empresa: _____
Teléfono: _____

Cargo: _____
Dirección: _____
Correo electrónico: _____

EL TEXTO EN COLOR ROJO HA SIDO MODIFICADO

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>MGA 0961. VALORACIÓN DE VITAMINA A</p> <p>Este método se emplea para valorar vitamina A en las preparaciones que además contienen otras sustancias activas.</p> <p>Se efectúa la valoración lo más rápidamente posible, bajo atmósfera de algún gas inerte y utilizando, preferentemente, material de vidrio inactínico, teniendo la precaución de evitar al máximo la exposición a la luz actínica, al oxígeno atmosférico y a otros agentes oxidantes.</p> <p>Hidrogenador. Para hidrogenar a baja presión preparar un aparato, que consta de dos tubos cónicos de centrífuga de 50 mL, debidamente sostenidos con pinzas, provistos de tapones de vidrio, polímero o corcho (pero en ningún caso de hule) y conectados en serie por medio de tubos de vidrio y de plástico inerte. Un tubo se utiliza para la muestra y otro para la prueba en blanco. La corriente de hidrógeno se hace pasar de manera que las burbujas del gas borboteen desde el fondo de los tubos, primero en el blanco y después en el de la muestra.</p> <p><i>Nota:</i> se emplea éter dietílico recientemente</p>		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>redestilado, desechando el 10 % de la primera y de la última porción.</p>		
<p>Procedimiento. Pesar una porción de la muestra, equivalente a no menos de 0.15 mg de retinol que contenga, cuando más, 1.0 g de grasa. Si la muestra está constituida por cápsulas, tabletas u otros sólidos, llevar a reflujo con ebullición la porción ensayada sobre BV en 10 mL de agua durante 10 min. Triturar la materia sin disolver con un agitador de vidrio y calentar durante 5 min más. Pasar a un matraz de saponificación y agregar 30 mL de alcohol si la muestra es líquida o 23 mL de alcohol y 7.0 mL de glicerina si la muestra es sólida. Enseguida agregar 3.0 mL de solución de hidróxido de potasio (9:10). Llevar a reflujo con ebullición en un aparato de vidrio con juntas del mismo material, durante 30 min; enfriar la solución, agregar 30 mL de agua y pasar a un embudo de separación. Agregar 4.0 g de sulfato de sodio anhidro finamente pulverizado al embudo de separación y extraer con una porción de éter dietílico de 150 mL agitando durante 2 min. Si se forma una emulsión, extraer con tres porciones sucesivas de éter dietílico de 25 mL cada una. Reunir los extractos etéreos lavar con 50 mL de agua, agitando suavemente. El lavado se repite con cinco porciones más de agua de 50 mL cada una, agitando fuertemente, hasta que el agua del lavado no de reacción alcalina a la fenolftaleína. Pasar el extracto etéreo lavado a un matraz volumétrico de 250 mL y agregar éter dietílico hasta llevar al aforo.</p>		
<p>Tomar una porción etérea de 25 mL y evaporar aproximadamente hasta 5.0 mL. Continuar evaporando sin calentar con la ayuda de una corriente de algún gas inerte o con vacío, hasta 3.0 mL. Disolver el residuo en suficiente 2-propanol y diluir con el mismo disolvente hasta obtener una solución cuya concentración estimada, sea entre 3.0 y 5.0 µg de vitamina A por mililitro, o de una concentración tal que la solución</p>		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>tenga un valor de absorbancia entre 0.5 y 0.8 a 325 nm. En un espectrofotómetro adecuado, utilizando celdillas igualadas de cuarzo y 2-propanol como blanco, determinar las absorbancias de la solución a longitudes de onda de 310, 325 y 334 nm.</p>		
<p>Método que se sigue cuando la muestra contiene tocoferol. Depositar en un matraz de saponificación una porción adecuada pesada de la muestra, o cuando menos, cinco tabletas pulverizadas o el contenido de cinco cápsulas. Agregar 30 mL de alcohol y 3.0 mL de solución de hidróxido de potasio (9:10) y llevar a reflujo con ebullición en un aparato de vidrio con juntas de vidrio, durante 30 min. Agregar a través del condensador 2.0 g de ácido cítrico hidratado y lavar las paredes del condensador con 10 mL de agua. Enfriar la solución y pasar a un embudo de separación con la ayuda de 20 mL de agua. Agregar 4.0 g de sulfato de sodio finamente pulverizado, extraer con una porción de 150 mL de éter dietílico y si se forma una emulsión, continuar la extracción utilizando tres porciones más de éter dietílico de 25 mL cada una. Reunir los extractos etéreos y lavar con 50 mL de agua, agitando suavemente. Repetir el lavado con tres porciones más de agua de 50 mL cada una y agitar fuertemente. Pasar el extracto etéreo lavado a un matraz volumétrico de 250 mL, agregar éter dietílico hasta llevar al aforo. Tomar de esta solución una alícuota de 100 mL y pasar a un embudo de separación, lavar una sola vez con 50 mL de solución de hidróxido de potasio (1:33), utilizando alcohol, si es necesario, para romper cualquier emulsión que se forme. Lavar con 50 mL de agua, agitando suavemente, repetir el lavado con tres porciones más de agua de 50 mL cada una y agitar fuertemente. Pasar el extracto etéreo lavado a un matraz volumétrico de 100 mL, agregar éter dietílico hasta llevar al aforo y mezclar. Tomar de esta solución 50 mL y evaporar hasta 5.0 mL. Continuar la evaporación sin</p>		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice	Debe decir	Justificación*
calentar, bajo una corriente de algún gas inerte o al vacío. Disolver el residuo en 50 mL de 2-propanol.		
Porción hidrogenada. Depositar en un tubo de centrífuga una alícuota de 50 mL, 15 mL de la solución de 2-propanol; agregar 200 mg de catalizador de paladio, agitar con un agitador de vidrio e hidrogenar durante 10 min en un hidrogenador, empleando 2-propanol como blanco, en el cual se hace burbujear primero el hidrógeno. Agregar 300 mg de arena sílicea cromatográfica, agitar con un agitador de vidrio e inmediatamente centrifugar hasta obtener una solución clara.		
Tomar de esta solución, una alícuota de 1.0 mL y evaporar en una cápsula. Disolver el residuo en 1.0 mL de cloroformo y agregar 10 mL de SR de ácido fosfomolibdico, no aparece un color azul. En caso contrario repetir la hidrogenación durante un periodo mayor o agregar una nueva porción de catalizador, procedente de otro lote. Depositar en dos matraces por separado y medidos con pipeta, volúmenes iguales de la porción hidrogenada y de la solución de 2-propanol que sirve como blanco, respectivamente. Agregar suficiente 2-propanol hasta obtener una solución cuya concentración estimada de vitamina A, sea equivalente a entre 3 y 5 µg/mL. En un espectrofotómetro adecuado, usando celdillas igualadas de cuarzo, determinar las absorbancias de ambas soluciones a las longitudes de onda de 310, 325 y 334 nm.		
Cálculos. Calcular el contenido de vitamina A en miligramos, por medio de la siguiente fórmula:		
$0.549 A_{325}/LC$		
Donde: A_{325} = Absorbancia corregida a 325 nm. L = Longitud en centímetros de la celdilla de absorción. C = Cantidad de la muestra expresada en gramos, cápsula o tableta, por 100 mL de la solución final en 2-propanol, siempre que A_{325} tenga un valor entre:		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice	Debe decir	Justificación*
$A_{325}/1.030$ y $A_{325}/0.970$		
Donde: (A_{325}) = Absorbancia corregida a 325 nm y está dada por la ecuación:		
$A_{325} = 6.815 A_{325} - 2.555 A_{310} - 4.260 A_{334}$		
Donde: A = Absorbancia a la longitud de onda indicada por los subíndices.		
En los casos donde (A_{325}), tenga un valor menor de $A_{325}/1.030$, se aplica la siguiente ecuación:		
Contenido en miligramos = $0.549 (A_{325})/LC$		
Cuyas equivalencias ya se indicaron anteriormente. Cada miligramo de vitamina A (alcohol) representa 3 333 unidades. La discrepancia que puede aceptarse en los resultados de diferentes laboratorios a $P = 0.05$, es de $\pm 8\%$.		
Solución A: Metanol		
Solución B: Acetonitrilo		
Fase móvil: Solución A + Solución B (90:10 v/v)		
Nota: Utilizar material de bajo contenido actínico para la preparación de las soluciones.		
Preparación de la muestra. Pesar 21.0 mg de vitamina A palmitato transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 25 mL, adicionar 12.5 mL de hexano disolver en baño de ultrasonido durante 10 minutos y llevar a volumen con el mismo disolvente. Tomar una alícuota de 1 mL y llevar a un matraz volumétrico de 10 mL. Aforar con el mismo disolvente. Filtrar a través de membrana de polipropileno hidrofílico de baja unión a proteínas de 0.2 μm de tamaño de poro. La solución resultante contiene 156.17 UI/mL de Retinol.		
Preparación de la referencia. Pesar 21.0 mg de vitamina A palmitato SRef transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 25 mL, adicionar 12.5 mL de hexano disolver en baño de ultrasonido durante 10		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>min y llevar a volumen con el mismo disolvente. Tomar una alícuota de 1 mL y llevar a un matraz volumétrico de 10 mL. Aforar con el mismo disolvente. Filtrar a través de membrana de polipropileno hidrofílico de baja unión a proteínas de 0.2 µm de tamaño de poro. La solución resultante contiene 156.17 UI/mL de retinol.</p>		
<p>Condiciones del equipo. Cromatógrafo de líquidos equipado con detector UV, detección 325 nm. Columna de 4.6 × 150 mm, empacada con L7 de 5 µm. Temperatura del horno 25 °C. Temperatura del auto muestreador 20 °C. Velocidad de flujo 1.0 mL/min. Tiempo de corrida aproximadamente 6 min.</p>		
<p>Aptitud del sistema. Acondicionar la columna durante 60 min a flujo de trabajo, inyectar al cromatógrafo 10µL de la preparación de referencia por sextuplicado. El tiempo de retención aproximado es de 3.0 min, la eficiencia de la columna es mayor a 4 000 platos teóricos, el factor de coleo es menor o igual a 2.0. El factor de capacidad es mayor o igual a 1.5.</p>		
<p>Procedimiento. Inyectar por separado 10 µL de la preparación de referencia y 10 µL de la preparación de la muestra. Registrar los cromatogramas y determinar la respuesta del pico principal. Calcular el porcentaje Vitamina A mediante la siguiente fórmula:</p>		
$\% \text{ Vitamina A} = \frac{A_{mta}}{A_{std}} \times \frac{P_{std}}{25 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times FV_{std} \times \frac{25 \text{ mL}}{P_{mtra}} \times \frac{10 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \times 100$		
<p>Donde:</p>		
<p>A_{mta} = Respuesta del Analito en la solución muestra.</p>		
<p>A_{std} = Respuesta del Analito en la solución de referencia.</p>		
<p>P_{std} = Peso de la sustancia de referencia.</p>		
<p>FV_{std} = Factor de valoración de la sustancia de referencia (%).</p>		
<p>P_{mtra} = Peso de la muestra.</p>		

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Dice					Debe decir	Justificación*
El resto de los dígitos son factores de dilución y concentración.						
<i>Tabla 0961.1. Lavado de columna</i>						
Tiempo (min)	Agua (%)	Acetonitrilo (%)	Flujo (mL/min)	Elución		
0	20	80	1.0	Gradiente Lineal		
10	10	90	1.0	Gradiente Lineal		
15	1	99	1.0	Gradiente Lineal		
20	0	100	1.0	Gradiente Lineal		
30	0	100	0	Gradiente Lineal		

*Para una mejor comprensión de su solicitud adjunte bibliografía u otros documentos que sustenten sus comentarios.