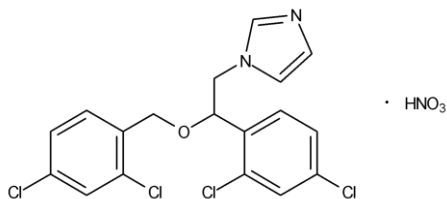


1 MICONAZOL, NITRATO DE



3
4 $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$ PM: 479,14 22832877

5 **Definición** - Nitrate de Miconazol es Mononitrato
6 de 1-[2-(2,4-diclorofenil)-2-[(2,4-diclorofe-
7 nil)metoxi]etil]-1*H*-imidazol. Debe contener no
8 menos de 99,0 por ciento y no más de 101,0 por
9 ciento de $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$, calculado sobre la
10 sustancia seca y debe cumplir con las siguientes
11 especificaciones.

12 **Caracteres generales** - Polvo cristalino blanco o
13 casi blanco, de olor débil. Funde entre 178 y 183 °C,
14 con descomposición. Fácilmente soluble en
15 dimetilsulfóxido; soluble en dimetilformamida;
16 moderadamente soluble en metanol; poco soluble en
17 alcohol, cloroformo y propilenglicol; muy poco
18 soluble en agua y alcohol isopropílico; insoluble en
19 éter.

20 **Sustancia de referencia** - Nitrate de Miconazol SR-
21 FA.

22 CONSERVACIÓN

23 En envases inactínicos bien cerrados.

24 ENSAYOS

25 Identificación

26 **A** - Absorción infrarroja <460>. *En fase sólida.*

27 **B** - Absorción ultravioleta <470>

28 *Solvente:* ácido clorhídrico 0,1 M en alcohol
29 isopropílico 1 en 10.

30 *Concentración:* 400 µg por mL.

31 Determinación del residuo de ignición <270>

32 No más de 0,2 %.

33 Determinación de la rotación óptica <170>

34 *Rotación óptica:* Entre -0,10° y +0,10°, determinada
35 a 20 °C.

36 *Solución muestra:* disolver 250 mg de Nitrate de
37 Miconazol en metanol y diluir a 25,0 mL con el
38 mismo solvente.

39 Sustancias relacionadas

40 *Sistema cromatográfico* - Emplear un equipo para
41 cromatografía de líquidos con un detector
42 ultravioleta ajustado a 235 nm y una columna de

43 10 cm × 4,6 mm con fase estacionaria
44 constituida por octadecilsilano químicamente
45 unido a partículas porosas de sílice de 3 µm de
46 diámetro. El caudal debe ser aproximadamente
47 2,0 mL por minuto.

48 *Fase móvil* - Acetato de amonio 0,2 M,
49 metanol y acetonitrilo (38:32:30). Filtrar y
50 desgasificar. Hacer los ajustes necesarios (ver
51 *Aptitud del sistema* en 100. *Cromatografía*).

52 *Solución muestra* - Transferir 100 mg de
53 Nitrate de Miconazol a un matraz aforado de
54 10 mL, completar a volumen con *Fase móvil* y
55 mezclar.

56 *Solución muestra diluida* - Diluir un volumen
57 exactamente medido de la *Solución muestra*
58 cuantitativamente y en etapas, si fuera
59 necesario, con *Fase móvil* para obtener una
60 solución de aproximadamente 25 µg de Nitrate
61 de Miconazol por mL.

62 *Solución de resolución* - Disolver cantidades
63 exactamente pesadas de Nitrate de
64 Miconazol SR-FA y *Nitrate de Econazol* en
65 *Fase móvil* para obtener una solución de
66 aproximadamente 25 µg por mL de cada uno.

67 *Aptitud del sistema* (ver 100. *Cromatografía*) -
68 Cromatografiar la *Solución de resolución* y
69 registrar las respuestas de los picos según se
70 indica en *Procedimiento*: los tiempos de
71 retención relativos deben ser aproximadamente
72 0,5 para econazol y 1,0 para miconazol; la
73 resolución *R* entre los picos de econazol y
74 miconazol no debe ser menor de 10; la
75 desviación estándar relativa para inyecciones
76 repetidas no debe ser mayor de 2,0 %.

77 *Procedimiento* - Inyectar por separado en el
78 cromatógrafo volúmenes iguales
79 (aproximadamente 10 µL) de la *Solución*
80 *muestra* y la *Solución muestra diluida*, registrar
81 los cromatogramas durante 1,2 veces el tiempo
82 de retención del pico principal y medir las
83 respuestas de todos los picos. Identificar los
84 picos que pudieran estar presentes en el
85 cromatograma de la *Solución muestra* y
86 calcular los porcentajes presentes en la porción
87 de Nitrate de Miconazol en ensayo con respecto
88 a la respuesta del pico principal obtenido con la
89 *Solución muestra diluida estándar*. Debe
90 cumplir con los requisitos de la siguiente tabla.

Sustancia relacionada	Tiempo de retención relativo	Límite (%)
impureza A	0,1	0,25
impureza E	0,3	0,25

impureza C	0,4	0,25
impureza B	0,6	0,25
impureza D	0,75	0,25
impureza F	0,85	0,25
impureza G	0,9	0,25
miconazol	1,0	
individual desconocida	-	0,10
totales	-	0,5

91

92 Descartar el pico del ión nitrato y cualquier pico con
 93 una respuesta menor de 0,2 veces la respuesta del
 94 pico principal en el cromatograma obtenido con la
 95 *Solución muestra diluida*.

96 **Pérdida por secado** <680>

97 Secar a 105 °C durante 2 horas: no debe perder más
 98 de 0,5 % de su peso.

99

VALORACIÓN

100 Pesar exactamente alrededor de 350 mg de Nitrato de
 101 Miconazol, disolver en 75 mL de ácido acético
 102 glacial, calentar si fuera necesario y titular con ácido
 103 perclórico 0,1 M (SV) determinando el punto final
 104 potenciométricamente. Realizar una determinación
 105 con un blanco y hacer las correcciones necesarias
 106 (ver 780. *Volumetría*). Cada ml de ácido perclórico
 107 0,1 M equivale a 47,91 mg de
 108 $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$.

109

110

111 **Firmo en conformidad para su socialización en**
 112 **Opinión Pública**

113

114

115

116

117