

**UNIVERSIDAD DE CHILE**

Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas Departamento de Química Farmacológica y  
Toxicológica

# Protocolo de validación de la metodología analítica para la estandarización de diclofenaco sódico materia prima por cromatografía líquida de alta presión

Unidad de práctica prolongada para optar al título de Químico Farmacéutico  
Por

**Evelyn Johanna Mora Arias**

Docente Supervisor: Igor Lemus

**2006**

Tesis con restricción de acceso en línea, según petición de su autor.



<b>INDICE .</b>	<b>1</b>
<b>RESUMEN .</b>	<b>5</b>
<b>Texto con restricción . .</b>	<b>7</b>



---

# INDICE

## Resumen

Introducción

Molécula de Diclofenaco Sódico

Objetivos

Materiales y Métodos

1. Descripción del equipo HPLC utilizado y metodología aplicada, según USP XXIX

2. Técnica Analítica

2.1 Reactivos

2.2 Soluciones

2.3 Materiales y Equipos

2.4 Condiciones Cromatográficas

2.5 Cálculos

3. Desarrollo de los parámetros a evaluar en la Validación

Desarrollo y Resultados

1.1 Definición de Parámetros

1.1.1 Selectividad/Especificidad

- 1.1.2 Determinación
- 1.1.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.1.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Selectividad/Especificidad
- 1.2.1 Precisión
- 1.2.2 Determinación
- 1.2.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.2.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Precisión del Método
  - 1.2.3.2 Tabla de Criterios de Aceptación para Precisión del Sistema
- 1.3.1 Exactitud
- 1.3.2 Determinación
- 1.3.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.3.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Exactitud
  - 1.3.3.2 Tabla de Criterios de Aceptación para Exactitud
- 1.4.1 Linealidad o Rango lineal
- 1.4.2 Determinación
- 1.4.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.4.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Linealidad
- 1.5.1 Límite de Cuantificación
- 1.5.2 Determinación
- 1.5.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.5.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Límite de Cuantificación
- 1.6.1 Límite de Detección
- 1.6.2 Determinación
- 1.6.3 Criterios de Aceptación
- 1.7.1 Resistencia
- 1.7.2 Determinación
- 1.7.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.7.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Resistencia
- 1.8.1 Robustez
- 1.8.2 Determinación
- 1.8.3 Criterios de Aceptación y Tabla de resultados
  - 1.8.3.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Robustez
- 1.9.1 Idoneidad del Sistema
- 1.9.2 Resolución

- 1.9.3 Factor de Simetría
- 1.9.4 Factor de Separación
- 1.9.5 Criterios de Aceptación
  - 1.9.5.1 Tabla de Criterios de Aceptación para Test de Idoneidad
- 2. Discusión y Conclusión
- Bibliografía
- 3. Anexos
  - 3.1 Tabla de Resultados de Áreas para cada parámetro:
    - 3.1.1 Selectividad/Especificidad
    - 3.1.2 Precisión
    - 3.1.3 Exactitud
    - 3.1.4 Linealidad o Rango lineal
    - 3.1.5 Límite de Cuantificación
    - 3.1.6 Límite de Detección
    - 3.1.7 Resistencia
    - 3.1.8 Robustez
    - 3.1.9 Idoneidad del Sistema
    - 3.1.10 Tablas
  - 3.2 Anexos Fórmulas Matemáticas Aplicadas





## RESUMEN

En la Industria Farmacéutica, la entidad encargada de supervisar todas las etapas que implica el proceso de elaboración de un producto farmacéutico, es el Departamento de Aseguramiento de Calidad, el que tiene por finalidad otorgar un producto en óptimas condiciones, para su posterior comercialización.

Durante la práctica desarrollada en dicho departamento se llevaron a cabo variados procedimientos que constituyen las distintas actividades que allí se desempeñan y que responden a las necesidades que el laboratorio manifiesta, siendo de principal importancia para éste trabajo el desarrollo de un protocolo de validación de una metodología analítica, para estandarizar el diclofenaco sódico materia prima, utilizando un patrón primario, para su posterior desarrollo como antiinflamatorio en las variadas formas farmacéuticas que el laboratorio Merck S.A., comercializa. Dicha validación se realizó por medio de una cromatografía líquida de alta presión, a partir de la cual se obtuvieron las áreas que hicieron posible calcular cada parámetro, con el fin de garantizar la calidad y la confiabilidad de los datos, para asegurar el cumplimiento de las Buenas Prácticas de Manufactura (GMP) y las Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP).

En el desarrollo de éste protocolo se describe paso a paso como se realizó la validación para la estandarización de Diclofenaco Sódico, para su uso en las diferentes formas farmacéuticas.

Al respecto se puede concluir que el método analítico fue aprobado en la materia prima diclofenaco sódico según lo exige la USP XXIX en lo que respecta a validación. Se encontró que la técnica empleada en la determinación de este principio activo tiene

buena selectividad, precisión, exactitud, linealidad y robustez, lo que otorga confiabilidad y calidad a los datos obtenidos por la metodología analítica utilizada para la estandarización de dicha materia prima.

# Texto con restricción

Tesis con restricción de acceso en línea, según petición de su autor.