

MINISTERIO DE SALUD	Archivo:	
HOJA DE TRABAJO ANALÍTICO : VALORACIÓN E IDENTIFICACIÓN POR HPLC	Orden de Servicio : (N° registro muestra)	7371

FECHA SOLICITUD DE ANÁLISIS : **2008-03-25**

1. DATOS DE LA MUESTRA: **FECHA ANÁLISIS: 2008-03-28**

Nombre del producto : **Zudenina** Forma farmacéutica:

Gel

 Dosis declarada:

0,15

 g/100 g
 Lote/ N° serie : 602 Fecha de vencimiento:

AGO 2010

2.- DESCRIPCIÓN : Preparado semisólido, opaco, blanquecino, de aspecto homogéneo, .

3.- NORMA TÉCNICA : USP Especificación: 90,0 - 110,0%

4.- EQUIPOS:

HPLC : MARCA Código interno:
 Fecha mantenimiento / Verificación operacional :
 Balanza :
 Fecha de mantenimiento/calibración :
 Fecha de verificación :

5.- REACTIVOS:

Reactivo	Marca	Lote	Fecha de Expiración
Acetonitrilo			
Tetrahidrofurano			
Ac. Trifluoroacético			
Agua			

6.- PREPARACIÓN DE ESTANDARES:

Estándar externo : **Zudenina** Primario Secundario
 Lote : A50004010 Fecha de Expiración: 2010-05
 Pureza/ Potencia : 99.2 % Humedad : 0.28
 Trazado contra estandar primario : -- Lote : ---
 Fecha valoración estandar secundario : 2008-03-26 Informe de valoración : N°5/2008
 Código : 00.00.01
 Estandar interno (si corresponde) : Valorado contra estandar primario (si corresponde)
 Lote : Fecha valoración :
 Pureza/Potencia : Informe de valoración
 Código : Fecha de Expiración:
 Estandar de resolución (si corresponde) :
 Lote : Fecha de Expiración:
 Pureza/Potencia : **NA**
 Código :

Peso del estándar (mg)

Estándar de trabajo	Estándar de control	Estándar interno	Estándar de resolución
25.22	25.23		

DILUCIONES DEL ESTANDAR EXTERNO:

$$\frac{25.22}{25} \times \frac{1}{1} \times \frac{1}{1} \times \frac{99.2}{100} = 1.0007296 \text{ mg/mL}$$

$$\frac{25.23}{25} \times \frac{1}{1} \times \frac{1}{1} \times \frac{99.2}{100} = 1.0011264 \text{ mg/mL}$$

DILUCIONES DEL ESTANDAR INTERNO:

$$\frac{0}{100} \times \frac{1}{1} \times \frac{1}{1} \times \frac{0}{1} = 0.0000000 \text{ mg/mL}$$

DILUCIONES DEL ESTANDAR DE RESOLUCION:

$$\frac{0}{100} \times \frac{1}{1} \times \frac{1}{1} \times \frac{0}{1} = 0.0000000 \text{ mg/mL}$$

MINISTERIO DE SALUD

Nº Folio Archivo:	
Orden de Servicio : (Nº registro muestra)	7371

HOJA DE TRABAJO ANALITICO : VALORACION E IDENTIDAD POR HPLC

7.- PREPARACIÓN DE MUESTRAS

PESOS:

Norma Técnica : TLO CODIGO: Especificación:
 Anotar el peso o llenado mínimo de la muestra

Nº	PESOS
1	132.78
2	131.25
3	129.56
4	130.56
5	129.56
6	132.50
7	134.50
8	131.05
9	134.90
10	132.76
11	132.67
12	130.23
13	134.56
14	135.60
15	134.87
16	135.67
17	133.70
18	129.42
19	128.50
20	128.35
Promedio	132.1495
s	2.36
Valor mínimo	128.35
Valor máximo	135.67

Unidad

Nº	Cont.lleno	Cont.vacio	Peso contenido
1	449.52	78.71	370.81
2	417.88	78.09	339.79
3	441.35	80.56	360.79
4	418.71	71.53	347.18
5	403.64	80.17	323.47
6	445.03	79.31	365.72
7	464.23	75.11	389.12
8	444.46	74.29	370.17
9	435.77	74.05	361.72
10	451.46	80.28	371.18
11	449.52	78.71	370.81
12	417.88	78.09	339.79
13	441.35	80.56	360.79
14	418.71	71.53	347.18
15	403.64	80.17	323.47
16	445.03	79.31	365.72
17	464.23	75.11	389.12
18	444.46	74.29	370.17
19	435.77	74.05	361.72
20	451.46	80.28	371.18
Promedio		359.995	
s		18.17108707	
Valor mínimo		323.47	
Valor máximo		389.12	

Unidad

PESO O VOLUMEN DE MUESTRA PARA ANÁLISIS

Muestra	Peso/Vol.	Unidad
1	119.01	mg
2	119.01	mg

DILUCIONES DE LA MUESTRA:

$\frac{50}{119.01}$	X	$\frac{1}{1}$	X	$\frac{1}{1}$	X	$\frac{364.2}{1}$	=	153.01235
$\frac{50}{119.01}$	X	$\frac{1}{1}$	X	$\frac{1}{1}$	X	$\frac{364.2}{1}$	=	153.01235

8.- CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Precolumna : No
 Columna : Zorbax RX C8 4,6 x 250 mmx 5 micrones Código interno: C8-08-08
 Fase móvil : Acetonitrilo : Agua (70 : 30)
 Ajuste de pH : No
 Inyección manual/ automática : automática
 Velocidad de flujo : 1,5 ml / min
 Volumen de inyección : 20 microlitros
 Longitud de onda : 254 nm
 Temperatura de horno : ambiente
 Tiempo de corrida : 5,0 min
 Tiempo de retención relativo : 1

ADECUACION DEL SISTEMA

Emplear los datos del estándar de trabajo de cinco inyecciones repetidas, cuando la DSR es menor de 2% y seis inyecciones repetidas, cuando la DSR es mayor de 2% .

Nº inyección	#Platosteóricos	Resolución	K	Asimetría	Area
1				1.46	1817.17029
2				1.44	1816.49927
3				1.45	1817.89783
4				1.44	1816.46021
5				1.45	1819.60107
6					
Promedio				1.45	1817.526
S				0.008	1.30
DSR				0.58	0.07
Requerimiento	>4000	-		<2%	<2%

