

Desenvolvimento e Validação da Metodologia Analítica para Doseamento da Matéria-Prima e Cápsulas de Sulfato de Indinavir por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência

Rosali M.F. SILVA *^{1,4}, Fábio H.C. OLIVEIRA ¹, Ruth R. STTRATMENN ^{1,2}, Maria F. PIMENTEL ³,
Flávia P. M. MEDEIROS ^{1,4}, Miracy M. ALBUQUERQUE ² & Pedro J. ROLIM NETO ^{1,4}.

¹ Laboratório de Tecnologia dos Medicamentos

² Núcleo de Controle de Qualidade de Medicamentos e Correlatos,
Departamento de Ciências Farmacéuticas,

³ Laboratório de Engenharia Ambiental e da Qualidade

Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal de Pernambuco

Av. Prof. Arthur de Sá, S/N, Cidade Universitária - CEP: 50740-521 - Recife - Pernambuco - Brasil.

⁴ Laboratório Farmacêutico do Estado de Pernambuco - Largo de Dois Irmãos, n°1117,
Dois Irmãos, Recife - CEP: 52171-010 - Pernambuco - Brasil

RESUMO. Um novo método analítico foi desenvolvido e validado por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), para o doseamento de matéria-prima e cápsulas de Sulfato de Indinavir. Foi selecionado um método isocrático, coluna C8 (250 x 4,6 mm), com 5 µm de tamanho de partícula; a fase móvel consiste em uma mistura de tampão citrato de sódio (pH=5,0) e acetonitrila (40:60 v/v), em um fluxo de 1,0 mL/min, detector UV (λ 260 nm), volume de injeção de 20 µL, temperatura de 40 °C e concentração de 100 ppm. As diluições foram realizadas em água ultra-pura. Baseado na Resolução RE N° 899, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), foram avaliados os parâmetros de performance analítica: robustez, linearidade, faixa de variação, precisão, exatidão e limites de detecção e de quantificação. O método atende aos requisitos de Boas Práticas de Laboratório e pode ser utilizado na rotina das indústrias farmacêuticas para quantificação de matéria-prima e cápsulas de Sulfato de Indinavir.

SUMMARY. "Development and Validation of an Analytical Methodology for the Determination of Indinavir Sulfate in Raw material and Capsules by High Performance Liquid Chromatography". A new analytical method by high performance liquid chromatography (HPLC) was developed and validated for the determination of Indinavir Sulfate in raw material and capsules. An isocratic method, C8 column (250 x 4.6 mm, with a 5 µm particle size) was selected; the mobile phase consisted in a mixture of sodium citrate buffer (pH=5.0) plus acetonitrile (40:60 v/v), at a flow rate of 1.0 mL/min, using a UV detector (λ 260 nm), injection volume of 20 µL, temperature of 40 °C (104 °F) and a 100 ppm concentration. Dilutions were carried out in ultra-pure water. Based on Resolution RE N° 899 by the Brazilian National Health Surveillance Agency (ANVISA), the following analytical performance parameters were assessed: robustness, linearity, range, precision, accuracy, and detection and quantitation limits. The method complies with the Good Laboratory Practice requirements and can be used in routine analyses in the pharmaceutical industries for the quantitation of Indinavir Sulfate raw material and capsules.

PALAVRAS CHAVE: Cápsulas, Controle de Qualidade, Cromatografia líquida, Desenvolvimento de metodologia analítica, Validação, Sulfato de Indinavir.

KEY WORDS: Capsules, Development of analytical methodology, Indinavir Sulfate, Liquid chromatography, Quality control, Validation.

* Autor a quem dirigir correspondência. E-mail: pedro.rolim@pesquisador.cnpq.br