

## Gemfibrozilo, Tabletas

### DEFINICIÓN

Las Tabletas de Gemfibrozilo contienen no menos de 90,0% y no más de 110,0% de la cantidad declarada de gemfibrozilo ( $C_{15}H_{22}O_3$ ).

### IDENTIFICACIÓN

#### Cambio en la redacción:

#### • A.

**Muestra:** ▲Nominalmente▲ (IRA 1-may-2021) 100 mg de gemfibrozilo, a partir de una cantidad de Tabletas reducidas a polvo fino

**▲Estándar:** 100 mg de ER Gemfibrozilo USP▲ (IRA 1-may-2021)

**Análisis:** Agitar la *Muestra* con 10 mL de hidróxido de sodio 0,1 N. Filtrar la mezcla en un tubo de centrifuga de 50 mL y acidificar el filtrado con ácido sulfúrico 3 N hasta obtener un precipitado abundante. Centrifugar y desechar la solución transparente. Lavar el precipitado con pequeñas porciones de agua y dejar que se seque al aire. ▲Preparar una dispersión en bromuro de potasio a partir del precipitado y del *Estándar*, cada uno previamente secado sobre gel de sílice durante 4 horas.▲ (IRA 1-may-2021)

**Criterios de aceptación:** El espectro de absorción IR de ▲la *Muestra*▲ (IRA 1-may-2021) presenta máximos solo a las mismas longitudes de onda que el ▲del *Estándar*.▲ (IRA 1-may-2021)

- **B.** El tiempo de retención del pico principal de la *Solución muestra* corresponde al de la *Solución estándar*, según se obtienen en la *Valoración*.

### VALORACIÓN

#### Cambio en la redacción:

#### • PROCEDIMIENTO

**Fase móvil:** Agregar 10 mL de ácido acético glacial a 800 mL de metanol en un matraz volumétrico de 1000 mL y diluir con agua a volumen.

**Solución de aptitud del sistema:** 0,2 mg/mL de ER Gemfibrozilo USP y 0,05 mg/mL de

▲2,5-dimetilfenol▲ (IRA 1-may-2021) en *Fase móvil*

**Solución madre del estándar:** 1 mg/mL de ER Gemfibrozilo USP en metanol

**Solución estándar:** 0,2 mg/mL de ER Gemfibrozilo USP, a partir de *Solución madre del estándar* en *Fase móvil*

**Solución madre de la muestra:** Nominalmente 1 mg/mL de gemfibrozilo, que se prepara según se indica a continuación. Transferir el equivalente a 100 mg de gemfibrozilo, a partir de no menos de 20 Tabletas reducidas a polvo fino, a un matraz volumétrico de 100 mL. Agregar aproximadamente 80 mL de metanol y agitar hasta disolver. Diluir con metanol a volumen y pasar a través de un filtro adecuado.

**Solución muestra:** Nominalmente 0,2 mg/mL de gemfibrozilo, a partir de *Solución madre de la muestra* en *Fase móvil*

#### Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* (621), *Aptitud del Sistema*.)

**Modo:** HPLC

**Detector:** UV 276 nm

**Columna:** 3,9 mm × 30 cm; relleno L1 de ▲10  $\mu$ m▲ (IRA 1-may-2021)

**Velocidad de flujo:** 0,8 mL/min

**Volumen de inyección:** 10  $\mu$ L

#### Aptitud del sistema

**Muestras:** *Solución de aptitud del sistema* y *Solución estándar*

### Requisitos de aptitud

**Resolución:** No menos de 8,0 entre gemfibrozilo y ▲2,5-dimetilfenol,▲ (IRA 1-may-2021) *Solución de aptitud del sistema*

**Desviación estándar relativa:** No más de 2,0%, *Solución estándar*

### Análisis

**Muestras:** *Solución estándar* y *Solución muestra*

Calcular el porcentaje de la cantidad declarada de gemfibrozilo ( $C_{15}H_{22}O_3$ ) en la porción de Tabletas tomada:

$$\text{Resultado} = (r_U/r_S) \times (C_S/C_U) \times 100$$

$r_U$  = respuesta del pico ▲de gemfibrozilo▲ (IRA 1-may-2021) de la *Solución muestra*

$r_S$  = respuesta del pico ▲de gemfibrozilo▲ (IRA 1-may-2021) de la *Solución estándar*

$C_S$  = concentración de ER Gemfibrozilo USP en la *Solución estándar* (mg/mL)

$C_U$  = concentración nominal de gemfibrozilo en la *Solución muestra* (mg/mL)

**Criterios de aceptación:** 90,0%–110,0%

### PRUEBAS DE DESEMPEÑO

#### Cambio en la redacción:

#### • DISOLUCIÓN (711)

**Medio:** Solución amortiguadora de fosfato 0,2 M, que se prepara según se indica a continuación. Disolver 545 g de fosfato monobásico de potasio en 5 litros de agua, agregar 131 g de hidróxido de sodio, diluir con agua hasta aproximadamente 19,5 litros y mezclar bien. Ajustar con ácido fosfórico 1 N o hidróxido de sodio 1 N a un pH de 7,5. Diluir con agua hasta 20 litros; 900 mL.

**Aparato 2:** 50 rpm

**Tiempo:** 30 min

**Solución madre del estándar:** ▲0,33 mg/ mL de▲ (IRA 1-may-2021) ER Gemfibrozilo USP en *Medio*, que se prepara según se indica a continuación. Disolver ER Gemfibrozilo USP en una cantidad de metanol que no exceda del 1% del volumen total de la *Solución madre del estándar*. Diluir con *Medio* a volumen.

**Solución estándar:** ▲Una concentración conocida de ER Gemfibrozilo USP, similar a la de la *Solución muestra*, que se prepara diluyendo la *Solución madre del estándar* con hidróxido de sodio 1 N.▲ (IRA 1-may-2021)

**Solución muestra:** Pasar una porción de la solución en análisis a través de un filtro adecuado. Diluir con hidróxido de sodio 1 N a una ▲concentración nominal adecuada de gemfibrozilo.▲ (IRA 1-may-2021)

#### Condiciones instrumentales

**Modo:** UV

**Longitud de onda analítica:** 276 nm

### Análisis

**Muestras:** *Solución estándar* y *Solución muestra*

Calcular la cantidad disuelta de gemfibrozilo ( $C_{15}H_{22}O_3$ ), como porcentaje de la cantidad declarada:

$$\text{▲Resultado} = (A_U/A_S) \times C_S \times D \times V \times (1/L) \times 100$$

$A_U$  = absorbancia de la *Solución muestra*

$A_S$  = absorbancia de la *Solución estándar*

$C_S$  = concentración de ER Gemfibrozilo USP en la *Solución estándar* (mg/mL)

$D$  = factor de dilución de la *Solución muestra*

$V$  = volumen de *Medio*, 900 mL

$L$  = cantidad declarada (mg/Tableta)▲ (IRA 1-may-2021)

**Tolerancias:** No menos de 80% (Q) de la cantidad declarada de gemfibrozilo ( $C_{15}H_{22}O_3$ )

- **UNIFORMIDAD DE UNIDADES DE DOSIFICACIÓN** <905>: Cumplen con los requisitos.

## IMPUREZAS

### Cambio en la redacción:

- **IMPUREZAS ORGÁNICAS**

**Fase móvil, Solución de aptitud del sistema y Solución madre del estándar:** Preparar según se indica en la *Valoración*.

**Solución estándar:** 0,05 mg/mL de ER Gemfibrozilo USP, a partir de *Solución madre del estándar* en *Fase móvil*

**Solución de sensibilidad:** 0,005 mg/mL de ER Gemfibrozilo USP, a partir de *Solución estándar* en *Fase móvil*

**Solución muestra:** Nominalmente 10 mg/mL de gemfibrozilo, que se prepara según se indica a continuación. Transferir 500 mg de gemfibrozilo, a partir de no menos de 20 Tabletas reducidas a polvo fino, a un matraz volumétrico de 50 mL y agregar aproximadamente 40 mL de *Fase móvil*. Someter a ultrasonido y agitar durante 20 minutos. Diluir con *Fase móvil* a volumen y pasar a través de un filtro adecuado.

### Sistema cromatográfico

(Ver *Cromatografía* <621>, *Aptitud del Sistema*.)

**Modo:** HPLC

**Detector:** UV 276 nm

**Columna:** 4,6 mm × 15 cm; relleno L1 de 5 µm

**Velocidad de flujo:** 1 mL/min

**Volumen de inyección:** 10 µL

**Tiempo de corrida:** No menos de 3 veces el tiempo de retención de gemfibrozilo

### Aptitud del sistema

**Muestras:** *Solución de aptitud del sistema* y *Solución de sensibilidad*

## Requisitos de aptitud

**Resolución:** No menos de 8,0 entre gemfibrozilo y

▲2,5-dimetilfenol, ▲ (IRA 1-may-2021) *Solución de aptitud del sistema*

**Desviación estándar relativa:** No más de 2,0% para el pico de gemfibrozilo, *Solución de aptitud del sistema*

**Relación señal-ruido:** No menos de 10, *Solución de sensibilidad*

## Análisis

**Muestras:** *Solución estándar* y *Solución muestra*

Calcular el porcentaje de cada impureza en la porción de Tabletas tomada:

$$\text{Resultado} = (r_U/r_S) \times (C_S/C_U) \times 100$$

$r_U$  = respuesta del pico de cada impureza de la *Solución muestra*

$r_S$  = respuesta del pico de gemfibrozilo de la *Solución estándar*

$C_S$  = concentración de ER Gemfibrozilo USP en la *Solución estándar* (mg/mL)

$C_U$  = concentración nominal de gemfibrozilo en la *Solución muestra* (mg/mL)

**Criterios de aceptación:** ▲El umbral de informe es 0,05%. ▲ (IRA 1-may-2021)

**Impurezas individuales:** No más de 0,17%

**Impurezas totales:** No más de 1,0%

## REQUISITOS ADICIONALES

### Cambio en la redacción:

- **ENVASADO Y ALMACENAMIENTO:** Conservar en envases impermeables. ▲Almacenar a temperatura ambiente controlada. Proteger de la luz y la humedad. ▲ (IRA 1-may-2021)
- **ESTÁNDARES DE REFERENCIA USP** <11>  
ER Gemfibrozilo USP