



VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE SILDENAFIL CITRATO EN GOMAS MASTICABLES

AUTORES

Pereyra, Romina Belén ^(1,2); Lopez Nicolas Alfredo ^(2,3); Figuerón, María Belén ⁽¹⁾; Gonzalez Vidal, Noelia Luján ^(1,2)
e-mail: romina.pereyra@uns.edu.ar

INSTITUCIONES

⁽¹⁾ Dpto. de Biología, Bioquímica y Farmacia, Universidad Nacional del Sur, Bahía Blanca, Arg; ⁽²⁾ Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, Bahía Blanca, Arg.; ⁽³⁾ Dpto. de Química, Universidad Nacional del Sur, Bahía Blanca, Arg.

INTRODUCCIÓN

El control de calidad de materias primas y formas farmacéuticas requiere métodos validados. Aunque la técnica cromatográfica de HPLC ofrece claras ventajas, su alto costo, tiempo de análisis prolongado, uso de solventes potencialmente tóxicos y la necesidad de personal especializado, limitan su aplicación. En contraste, la espectrofotometría UV es una técnica sencilla, económica y accesible, ampliamente utilizada en diversos campos. Por lo expuesto, el objetivo de este trabajo fue desarrollar y validar un método espectrofotométrico para cuantificar sildenafil citrato (SIL) en gomas masticables.

DESARROLLO

La matriz de las gomas masticables (M) estuvo compuesta por gelatina, glicerina, sorbitol, sucralosa, ácido cítrico, benzoato de sodio y mentol. Las soluciones de SIL fueron preparadas empleando ácido clorhídrico 0,01 N, y la cuantificación se realizó a 292 nm, longitud de onda de máxima absorbancia de SIL en dicho medio. Se utilizó un espectrofotómetro UV-Vis previamente calibrado (Varian Cary 50Conc, Varian Instruments, Australia), equipado con una lámpara de xenón, un sistema óptico de haz único y una celda de cuarzo de 1,0 cm. El método se validó según los procedimientos descritos por la Conferencia Internacional de Armonización, mediante evaluación de linealidad, rango, límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ), especificidad, exactitud y precisión [1]. El análisis estadístico se realizó con el software RStudio (versión 1.4.1106).

RESULTADOS

Linealidad y rango

- **Rango de concentración:** 0,002 – 0,05 mg/ml
- **Curva de calibración:** $y = 20,616x + 0,0003$
- **Coefficiente de determinación (R²):** 0,9998

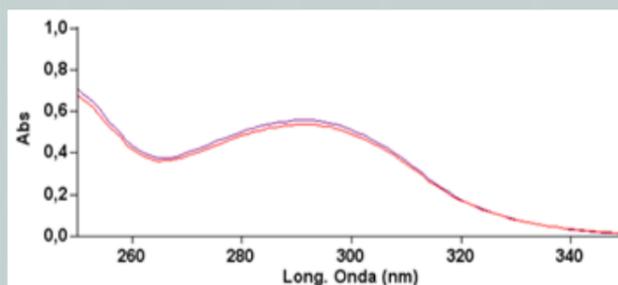
El alto valor de R² confirmó la linealidad del método propuesto.

Límites

- **LOD:** 0,0000856 mg/ml
- **LOQ:** 0,000259 mg/ml.

Especificidad

- **Criterio de evaluación:** comparación entre los espectros de SIL y la mezcla SIL+M.



Ambos espectros se superponen completamente, lo que indica que la matriz no interfiere con la cuantificación del analito (Figura 1).

Figura 1: Espectro de absorción de SIL (línea azul) y de SIL+M (línea roja).

Validación del método

Exactitud

- **Criterio de evaluación:** Recuperación (%) respecto a la cantidad teórica.

• Niveles de concentración evaluados:

- **Baja (0,002 mg/ml):** 100,13 ± 0,69 %
- **Intermedia (0,025 mg/ml):** 102,56 ± 0,59 %
- **Alta (0,056 mg/ml):** 96,04 ± 0,40 %

Los resultados han sido aceptables, con valores de Desviación Estándar Relativa (RSD%) inferiores al 2,0% (Tabla 1).

Precisión

Tabla 1: Precisión a tres niveles de concentración diferentes de SIL en HCL 0,01 N.

	Concentración (mg/ml)	Valor obtenido (mg/ml)	RSD (%)
Precisión intradiaria (día 1, analista 1, n=3)	0,0028	0,00279 ± 0,00003	1,15
	0,0252	0,02551 ± 0,00040	1,57
	0,056	0,05356 ± 0,00081	1,52
Precisión intradiaria (día 1, analista 1 y 2, n=6)	0,0028	0,00286 ± 0,00004	1,56
	0,0252	0,02602 ± 0,00051	1,91
	0,056	0,05367 ± 0,00063	1,19
Precisión interdiaria (día 1 y 2, analista 2, n=6)	0,0028	0,00282 ± 0,00004	1,68
	0,0252	0,02620 ± 0,00049	1,88
	0,056	0,05367 ± 0,00063	1,19
Precisión interdiaria (día 1 y 2, analista 1 y 2, n=9)	0,0028	0,00281 ± 0,00004	1,50
	0,0252	0,02607 ± 0,00050	1,95
	0,056	0,05363 ± 0,00065	1,21

CONCLUSIÓN

El método espectrofotométrico propuesto para la cuantificación de SIL citrato en gomas masticables resultó ser simple, rápido, preciso, exacto y de bajo costo.

[1] ICH Q2(R2). Harmonised Guideline Validation of Analytical Procedures. International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use. 2023. <https://www.ich.org/page/quality-guidelines>