

00524
189



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**"REVISIÓN Y PROPUESTAS DE
MODIFICACIONES DE LOS MGA
RELACIONADOS CON EL ANÁLISIS DE
GRASAS Y ACEITES FIJOS INCLUIDOS
EN LA FARMACOPEA DE LOS ESTADOS
UNIDOS MEXICANOS"**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
QUÍMICA FARMACÉUTICA BIÓLOGA

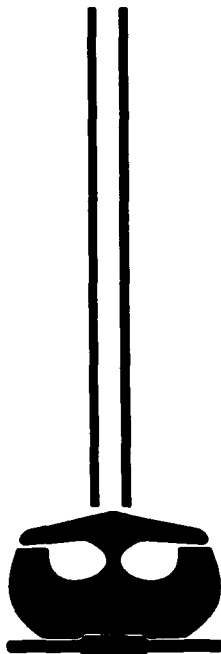
P R E S E N T A :

ROSARIO J. VELÁZQUEZ MIRANDA



MÉXICO, D.F. **EXAMENES PROFESIONALES**
FACULTAD DE QUÍMICA

2003



A



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

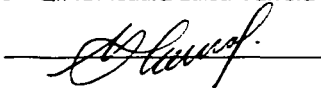
JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE:	Q.F.B. Isaura Luisa Carrera García
VOCAL:	Q.F.B. Consuelo Ayala Mondragón
SECRETARIO:	Q.F.B. Georgina Margarita Maya Ruiz
PRIMER SUPLENTE:	Q.F.B. Ma.de los Dolores Campos Echeverría
SEGUNDO SUPLENTE:	Q.F.B. Anel Verónica Garduño García

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Facultad de Química,
Universidad Nacional Autónoma de México.

Asesor: Q.F.B. Isaura Luisa Carrera García.



Sustentante: Rosario J. Velázquez Miranda.



DEDICATORIAS

A mi querida Madre Petra Miranda, quién supo transmitirme el deseo de superación y a no flaquear jamás. Por enseñarme con el ejemplo, que en esta vida todo se puede conseguir con la ayuda de Dios.

A mi Padre Bonifacio Velázquez, quién aún en su silencio me dio ejemplo de responsabilidad y honestidad, y sé que en su corazón tengo un lugar especial.

A mi amado esposo Luis Guerrero, quién me ha impulsado y apoyado siempre para lograr esta meta.

A mis adorables hijos: Gerardo, Juan Martín, Elizabeth, Ismael y a mi Estrellita Fugaz, quienes son mis grandes motivos para culminar esto y para seguir adelante.

A mis hermanos Elpidio, Arturo, Francisco, Miguel, Marina y Maru, quienes han creído en mí y esperado con interés y optimismo este momento.

A mis cuñadas Estela, Adriana, Minerva y Luisa por su cariño y paciencia.

A mi cuñado Jorge por su disposición para ayudarme en cualquier momento.

A Ricardo Mariscal por haberle devuelto a mi hermana Marina la esperanza y felicidad.

A todos mis sobrinos y a los hijos de mis sobrinos, ya que por ser tantos no los puedo mencionar individualmente, pero todos y cada uno están en mi mente.

A mis tías Margarita, Irene, Blanca y Concha, por demostrarme siempre la admiración que sienten por mí.

A las Maestras de Control Analítico Ma. Luisa García, Lorenia Mora, Teresa Buentello, Cristina Enríquez, Consuelo Ayala, Isaura Carrera, Pilar Padilla y Georgina Maya, ya que con su ejemplo y dedicación me inspiraron la vocación de ser química.

A la Maestra Ma. Dolores Echeverría, por su amistad.

Al Profesor Luciano y a la Maestra Elda, por todo su apoyo e interés por verme titulada.

A mis amigos de siempre Virginia Quintero, Laura Ramírez, Antonieta Silva y Eduardo Granados por su grandiosa amistad, cariño e incondicional apoyo.

A los Profesores de Química General, Gabriel de la Rosa, Reyes Chirinos, Luis Huerta, Josefina Montes, Xóchitl Martínez, Gustavo Garduño, Jesús González por las atenciones que han tenido conmigo.

A mis compañeros de la Facultad de Química con sincero cariño a Cristina Leyva, Francisco Vásquez, Eustolia Torres, Ma. Luisa Velasco, Lupita Martínez, Lupita Sánchez, Amparo, Martha, Susana Basurto, Gabriel Guevara, Ma. Elena, Victoria Flores, Tomás Villavicencio, Humberto Durán y los que olvidé mencionar, pero que igualmente son importantes.

A Elizabeth Antonio, por los buenos y malos momentos que hemos compartido desde el inicio de nuestra carrera.

A la maestra Isaura Luisa Carrera García que con dedicación, entereza y gran calidad como ser humano, me permite el día de hoy realizar una de mis grandes metas.

A todos aquellos que han luchado con honestidad para conservar y defender nuestra querida universidad, para que sea una realidad el lema: *"Por mi raza hablará el espíritu"*.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por proporcionarme siempre salud, trabajo y amor y por permitirme cumplir uno más de mis sueños.

A mi Madre Petra Miranda, por su eterno amor y su incondicional apoyo para poder lograr esta meta.

A mi Esposo Luis Guerrero, por su grandioso e incomparable amor, por su confianza y su inmensa paciencia, que ha hecho realidad este momento.

A mi Hermana Maru, por su cariño apoyo y disposición en todos los momentos de mi vida.

A mi Asesora Isaura Luisa Carrera García, por su tiempo y esfuerzo incondicional para la realización de mi tesis. Su ayuda, su interés y cariño hacia mí será una deuda por siempre, GRACIAS.

A la Profesora Consuelo Ayala y Profesora Georgina Maya, por su cooperación y esfuerzo para la revisión de mi tesis.

A Verónica Garduño por brindarme su tiempo y ayuda para la realización de mi exposición oral, así como su invaluable ayuda técnica, pero lo más valioso es su amistad.

A los Delegados Sindicales Virginia, Gregorio, Félix, Eduardo y Gulberto, por las facilidades otorgadas para la escritura de mi tesis.

A mis compañeros Javier Torres y Noé Rodríguez por su apoyo y comprensión durante el desarrollo de este trabajo.

A Consuelo Mora y los compañeros de Exámenes Profesionales por su cooperación en la realización de todos los trámites.

Y a la UNAM, por darme la oportunidad primero, de formar parte de su personal administrativo y después de llegar a ser un profesionalista.

GRACIAS POR TODO...

ÍNDICE

	Pág.
1. Introducción	1
2. Objetivos	2
3. Generalidades	3
3.1 Concepto y origen de las Farmacopeas	3
3.2 Objetivo de la Farmacopea	4
3.3 Diferentes Farmacopeas	4
3.4 Periodicidad de publicación de las Farmacopeas	10
3.5 Historia de la Farmacopea Mexicana	11
3.6 Norma Oficial Mexicana NOM-001-SSA1-93	16
3.7 Guía de Procedimientos Adecuados de Laboratorio Analítico	20
3.7.1 Organización	21
3.7.2 Personal	22
3.7.3 Instalaciones	23
3.7.4 Equipo e Instrumentos	24
3.7.5 Reactivos	24
3.7.5.1 Soluciones Reactivo (SR)	25
3.7.5.2 Soluciones Valoradas (SV)	25
3.7.5.3 Sustancias de Referencia	25
3.7.5.4 Medios de Cultivo	26
3.7.6 Material de Laboratorio	27
3.7.7 Métodos Analíticos Empleados en el Laboratorio	27
3.7.7.1 Bibliografía	27
3.7.7.2 Técnicas Analíticas	28
3.7.7.3 Métodos Analíticos	28
3.7.8 Procesamiento de las Muestras	30

E

3.7.9 Seguridad	31
3.7.10 Sistemas de Garantía de Calidad	33
3.7.11 Documentos, Procedimientos Generales y Archivo	33
4. Parte experimental	35
4.1 MGA 0001. Índice de Acidez	36
4.2 MGA 0371. Índice de Éster	41
4.3 MGA 0491. Índice de Hidroxilo	44
4.4 MGA 0541. Determinación de Materia Insaponificable	47
4.5 MGA 0681. Índice de Peróxido	49
4.6 MGA 0791. Determinación del Índice de Saponificación	51
4.7 MGA 0813. Temperatura de Solidificación en Ácidos Grasos	54
4.8 MGA 1001. Índice de Yodo	55
4.8.1 Método de Yodo-Bromuro	55
4.8.2 Método de Yodo-Cloruro	58
4.8.3 Método de Bromo-Piridina	61
4.8.4 Valor de Yodo de los Glicéridos de Aceite de Hígado de Bacalao	63
5. Conclusiones	65
6. Referencias Bibliográficas	66
7. Anexo I	67
7.1 Formato de comentarios a la Comisión Permanente de la FEUM (CPFEUM)	68
7.2 Ejemplos de Propuestas de modificaciones presentadas a la Comisión Permanente de la FEUM	69
8. Anexo II	
8.1 Información General sobre grasas y aceites fijos	82

1. INTRODUCCIÓN

La Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM), es la referencia oficial para el análisis de los medicamentos y sus insumos, establecida en la Ley General de Salud. Su elaboración es responsabilidad de la Secretaría de Salud a través de la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos la cual está integrada por representantes del sector salud, de instituciones académicas y de asociaciones profesionales, además de contar con la participación de expertos en las diferentes áreas que se contemplan en el documento.

Aún cuando estas instancias realizan la revisión continua de la publicación, es necesaria la colaboración de los usuarios para fortalecerla, la misma FEUM solicita que los profesionales del área informen sobre posibles omisiones, imprecisiones o errores para que se corrijan y se cuente con un mejor documento.

La participación de la comunidad farmacéutica permitirá enriquecer la publicación, a través de propuestas que aseguren la obtención de resultados analíticos confiables.

2. OBJETIVOS

1.- Realizar la revisión bibliográfica de las determinaciones para grasas y aceites fijos que aparecen en el Capítulo de Métodos Generales de Análisis (MGA) publicado en FEUM 7ª Edición.

2.- Analizar la información y de ser necesario confrontarla con lo que se publica en USP 25-NF 20 (2002) y BP 2002.

3.- Proponer modificaciones, correcciones y/o adiciones basadas en los principios de las Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL).

4.- Presentar las propuestas pertinentes a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, para su análisis, y de ser aprobadas se incluyan en el suplemento correspondiente y en la siguiente edición de la FEUM.

3. GENERALIDADES

3.1 Concepto y origen de las Farmacopeas.

La Farmacopea o Codex Medicamentarius es la recopilación oficial que incluye parámetros de calidad de los fármacos y las distintas preparaciones farmacéuticas y medicamentos más usuales, como identificación, pureza, valoración, dosis y demás condiciones que aseguren la uniformidad de sus propiedades.

El término "Farmacopea" se empleó, por primera vez en 1573 como designación de una norma farmacéutica oficial (Farmacopea Augustana). Al principio se utilizó únicamente para diferentes clases de formularios, hasta que gradualmente adquirió la calidad distintiva de "término oficial" lo que le confiere valor legal.

Francia fue la primera nación en utilizar la palabra "Codees" para designar a la Farmacopea, indicando con esa denominación el carácter obligatorio e imperativo de esta clase de obras.

Paulatinamente la posesión de una farmacopea propia se convirtió en un motivo de ambición nacional. En la actualidad, alrededor de 35 países del mundo cuentan con Farmacopeas propias, siete son americanos: Argentina, Brasil, Chile, Estados Unidos, México, Paraguay y Venezuela. Los países restantes han adoptado, ya sea, la Farmacopea francesa, la estadounidense o la británica, aunque es presumible la aparición de otras nuevas.⁽⁹⁾

3.2 Objetivo de la Farmacopea

El propósito de las farmacopeas es coadyuvar a mejorar la salud pública precisando las especificaciones, tolerancias y procedimientos que aseguren la calidad de los medicamentos.

Esto se logra mediante el establecimiento de normas reconocidas que puedan ser utilizadas por profesionales de la salud en diversos lugares: fábricas o laboratorios de producción de medicamentos y materias primas o productos biológicos para uso humano; laboratorios de control químico, biológico, farmacéutico o de toxicología, laboratorios para el estudio, experimentación de medicamentos y sus materias primas, o laboratorios auxiliares de la regulación sanitaria o que realicen estudios de pruebas de intercambiabilidad *in vitro* o *in vivo*.⁽¹⁶⁾

3.3 Diferentes Farmacopeas

En la actualidad existen varias Farmacopeas actualizadas que pueden ser consultadas como segunda instancia en México, para los casos en que la FEUM no provea información necesaria para el análisis como lo señala la Ley General de Salud; entre estas farmacopeas se encuentran:

A. Farmacopea Americana

La Farmacopea Americana (United States Pharmacopeia -USP-) promueve la salud pública al proporcionar información autorizada para el control y análisis de medicamentos así como también mediante el establecimiento y distribución de los estándares de calidad oficialmente reconocidos.

La periodicidad de publicación de esta Farmacopea, se ha ido modificando y a partir de la USP 25-NF 20, edición publicada en 2002, la publicación es anual.

La USP contiene 3,400 monografías para materias primas y productos terminados, así como 160 métodos generales de análisis. También contiene 16 monografías y 4 métodos generales de análisis específicos para suplementos nutricionales.

Además de la USP, se publican el Pharmacopeial Forum y el USP Dictionary.⁽⁸⁾

B. Farmacopea Británica

La Farmacopea Británica es el trabajo de referencia esencial de estándares legalmente relacionados a la industria farmacéutica del Reino Unido. Es de interés para aquellos que estén relacionados con el control de la calidad de los medicamentos. Proporciona información para el análisis de materias primas y formas farmacéuticas.

La Farmacopea Británica 1999, contiene lo incluido en la Farmacopea Europea y además el contenido específico de la Farmacopea Británica. Incluye monografías que han sido adoptadas por la Comisión de la Farmacopea Europea siguiendo otras preparaciones acordes a los procedimientos de armonización entre los cuerpos responsables de la Farmacopea Europea, de la Farmacopea Japonesa y de Estados Unidos de América.^(1,9)

C. Farmacopea Europea

La Farmacopea Europea se crea con el fin de promover la salud pública mediante el suministro de los estándares comunes reconocidos para su uso por profesionales de la salud y otros profesionales involucrados con la calidad de los medicamentos. Estos estándares deben ser de calidad apropiada como base de la seguridad de los medicamentos para los pacientes.

Su existencia:

- facilita el movimiento libre de medicamentos en Europa
- asegura la calidad de los productos medicinales usados en Europa, así como los que Europa exporta.

Las monografías de la Farmacopea Europea y otros textos están diseñados para ser adecuados a las necesidades de las autoridades regulatorias, así como también a los involucrados en el control de calidad y la manufactura de las materias primas y los productos medicinales.⁽⁹⁾

D. Farmacopea Internacional

La Farmacopea Internacional contiene los procedimientos de análisis y especificaciones para la determinación de sustancias farmacéuticas, excipientes y formas dosificadas, con la intención de servir como una fuente de información y como referencia para cualquiera de los Países Miembros de la Organización Mundial de la Salud (OMS), que deseen cumplir con los requerimientos farmacéuticos establecidos.

Con la intención de unificar y fortalecer la terminología y la composición de los medicamentos se propuso la elaboración de una farmacopea internacional.

Después de varios acuerdos una Comisión Interina de la OMS asumió el control en 1947 del trabajo sobre las farmacopeas emprendidas previamente por la Organización de la Salud de la Liga de Naciones.

En 1948 la primera Asamblea de la Salud del Mundo aprobó el establecimiento del Comité de Expertos responsables de esta actividad como el Comité de Expertos sobre la Unificación de Farmacopeas. Este comité a su vez, formó el Comité de Expertos sobre la Farmacopea Internacional en 1951, posteriormente nombrada Comité de Expertos sobre las Especificaciones para las preparaciones farmacéuticas en 1959.

El trabajo sobre la Farmacopea Internacional se realiza con la colaboración de los miembros del Panel Consultivo Experto de la OMS de la Farmacopea Internacional de Preparaciones Farmacéuticas así como especialistas de la industria y otras instituciones.

La Farmacopea Internacional da prioridad a los medicamentos que se utilizan extensamente a través del mundo y que son importantes para los programas de Salud de la OMS, y que pueden no aparecer en otras farmacopeas, por ejemplo, los nuevos fármacos antimalariales.

A partir de 1975 se inició la revisión de la 2ª. Edición de la Farmacopea Internacional. A partir de 1979 se presenta una lista de referencia sobre los fármacos esenciales.

La edición más reciente de la Farmacopea Internacional es la 3ª Edición, hay que señalar que ésta contiene 5 volúmenes publicados en diferentes fechas.

- Volumen 1: Métodos Generales de Análisis. 1979
- Volumen 2: Especificaciones de Calidad. 1981
- Volumen 3: Especificaciones de Calidad. 1988
- Volumen 4: Pruebas, Métodos y Requerimientos Generales. Especificaciones de calidad para sustancias farmacéuticas, Excipientes y Formas Dosificadas. 1994.
- Volumen 5: Pruebas y requerimientos Generales para las Formas Dosificadas. Especificaciones de Calidad para sustancias farmacéuticas y formas farmacéuticas dosificadas.^(13,14)

E. Farmacopea Japonesa

La 14ª Edición de la Farmacopea Japonesa, publicada en 1996 se divide en dos partes, una para las materias primas (principios activos y excipientes) y otra para las preparaciones farmacéuticas. Proporciona información sobre las especificaciones que deben reunir los estándares japoneses oficiales para el control de calidad de los medicamentos y productos.

La Farmacopea Japonesa contiene disposiciones y reglas generales para los productos farmacéuticos, pruebas generales inherentes al proceso y aparatos, normas para utilizar rayos infrarrojos, así como una serie de monografías de fármacos y sustancias particulares.

Se tiene contemplada la publicación de la décimo quinta edición en el 2006.⁽¹¹⁾

F. Farmacopea Española

La Real Farmacopea Española constituye un texto oficial de máxima importancia para garantizar la fabricación, control de calidad y circulación de los medicamentos, así como las especificaciones que han de satisfacer los medicamentos y sus materias primas y proteger así la salud de los consumidores.

En sus inicios en España se trabajó el análisis de los medicamentos basado en otras farmacopeas teniendo como primera instancia a la Farmacopea Francesa. Sin embargo la imperiosa necesidad de contar con una farmacopea propia permitió establecer, a partir de 1997, La Real Farmacopea Española primera edición y en 1998, 1999, y 2001 la publicación de los volúmenes correspondientes a los Suplementos 1998, 1999, 2000 y 2001 respectivamente.

La Real Farmacopea está constituida por monografías, tanto las particulares españolas como las contenidas en la Farmacopea Europea. En estas monografías se contemplan las exigencias mínimas obligatorias en relación con los métodos de análisis y otros ensayos; las especificaciones de las sustancias medicinales y excipientes, así como normas de preparación, de esterilización, de conservación y de acondicionamiento.

El 15 de julio del 2002 el Ministerio de Sanidad y Consumo aprobó la 2ª Edición de la Real Farmacopea Española, que consta de mil seiscientos cinco monografías de la Farmacopea Europea y dos monografías particulares españolas, sustituyendo en su totalidad a la 1ª Edición. La 2ª Edición corresponde a la 4ª Edición de la Farmacopea Europea.⁽¹²⁾

G. Farmacopeas Militares y Civiles de Serbia y Yugoslavia

La primera farmacopea nacional militar y civil fue publicada a la mitad del siglo XIX, al mismo tiempo que se establecieron los primeros estándares farmacéuticos. Las farmacopeas europeas de ese tiempo sirvieron como modelo para las farmacopeas de Serbia escritas sobre todo por los farmacéuticos y los médicos.

Entre 1863 y 2000 seis farmacopeas de Serbia y cinco de Yugoslavia fueron publicadas en conjunto.

La quinta edición de la Farmacopea de Serbia y Yugoslavia se publica en el año 2000 y contiene todas las formas de dosificación, información sobre la composición, excipientes, almacenamiento, empaquetado, dosis y administración de los medicamentos. Se introducen las pruebas farmacopéicas requeridas para el contenido de ingredientes activos, así como pruebas generales y especiales para las diferentes formas farmacéuticas. Pruebas diseñadas para asegurar una calidad continua y estandarizada de las formas de dosificación.⁽⁹⁾

3.4 Periodicidad de Publicación de las Farmacopeas

La utilidad de cualquier Farmacopea está determinada por los cambios periódicos que se incluyan en ella, los cuales deben ser acordes a los progresos de las ciencias que le sirven de base, con el fin de mantener la publicación actualizada. De ahí que sea necesario revisar continuamente estas publicaciones. Generalmente los comités que elaboran las diferentes farmacopeas establecen la periodicidad de publicación. Las ediciones más recientes de las farmacopeas son:

Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 7ª Edición, 2000
United States Pharmacopeia USP 25-NF 20, 2002
British Pharmacopoeia, 2002
Farmacopea Europea 4ª Edición, 1997.
Farmacopea Real Española 2ª Edición 2002.
Farmacopea Japonesa 14ª Edición, 1996
Farmacopea Internacional 3ª Edición (1979-1984)
Farmacopeas Militares y Civiles de Serbia y Yugoslavia, 5ª Edición,
2000.

3.5 Historia de la Farmacopea Mexicana

En 1821 se editó en México, por primera vez, el "Formulario Magistral y Memorial Farmacéutico" de Garcicourt, dedicado al ilustre alcalde examinador de Farmacia Prof. Vicente Cervantes. El Profesor Juan Manuel Noriega, ilustre maestro de la Universidad Nacional Autónoma de México, consideró esta obra como la primera Farmacopea Mexicana.

El Dr Leopoldo Río de la Loza, farmacéutico notable, junto con el Dr Vargas de la Academia de Farmacia se dedicaron a preparar la Farmacopea Mexicana que se editó en 1846.

En 1884 se publicó la segunda edición de la "Nueva Farmacopea Mexicana", también bajo el auspicio de la Sociedad de la Academia de Farmacia, estas ediciones, de uso muy extendido en el país no fueron oficiales ni reconocidas como tales.

En 1896 se edita la tercera edición de la "Farmacopea Mexicana", siendo oficial por disposición del Supremo Gobierno, para el Distrito Federal y

los territorios de Tepic y Baja California. Los estados autónomos acordaban el uso de ella en forma independiente. La cuarta edición de la Farmacopea Mexicana aparece en 1904. Conserva el mismo carácter de la anterior aunque su uso se generaliza en más estados.

Por decreto del 28 de noviembre de 1928, el Gral. Plutarco Elías Calles Presidente Constitucional de los Estados Unidos Mexicanos, de acuerdo con el artículo 177 del Código Sanitario en vigor, promulgó el establecimiento de la Primera Farmacopea Nacional, aprobada por el Departamento de Salubridad Pública. Su uso fue obligatorio en toda la República. Esta Farmacopea vio la luz en 1930 y con ella se daba el paso definitivo para lograr la unificación de la farmacia en toda la Nación.

Por decreto del 27 de junio de 1952, el presidente Constitucional de los Estados Unidos Mexicanos, Licenciado Miguel Alemán Valdés, promulgó la Segunda Edición de la Farmacopea Nacional de los Estados Unidos Mexicanos. Esta fue publicada en 1952 por el Departamento de Control de Medicamentos de la Secretaría de Salubridad y Asistencia. En esta segunda edición fue cambiada la división general de la obra y se rehicieron casi la totalidad de los capítulos.

Desde el punto de vista científico, esta segunda edición, es de gran calidad, ya que los métodos recomendados son prácticos y se podían realizar en cualquier laboratorio. La tercera edición publicada en el año de 1962 y la cuarta publicada en 1974 siguieron presentando nuevas monografías, dando una nueva apariencia a los textos tratando de mantener actualizada la información necesaria para el ejercicio de la farmacia. Al entrar en vigor la Ley General de Salud, se hizo necesario preparar una nueva edición; se establece la Comisión Permanente de la

Farmacopea (CPFEUM) por acuerdo del C. Secretario de Salubridad y Asistencia, (hoy de Salud) Dr Guillermo Soberón Acevedo, con fecha 26 de Septiembre de 1984. Esta Comisión funciona como cuerpo colegiado asesor de la Secretaría y tiene como objetivo participar en la elaboración y permanente revisión y actualización de la Farmacopea (Fig.1 y Fig. 2).⁽¹⁶⁾

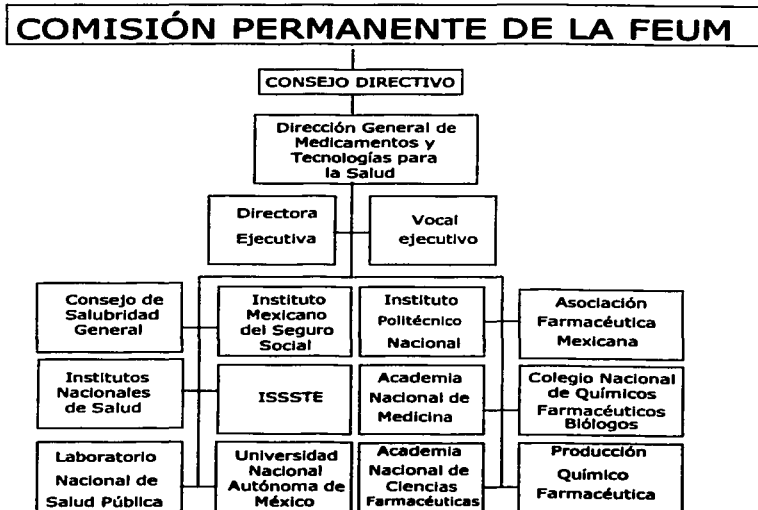


Figura 1. Comisión Permanente.

**TESIS CON
FECHA DE ORIGEN**

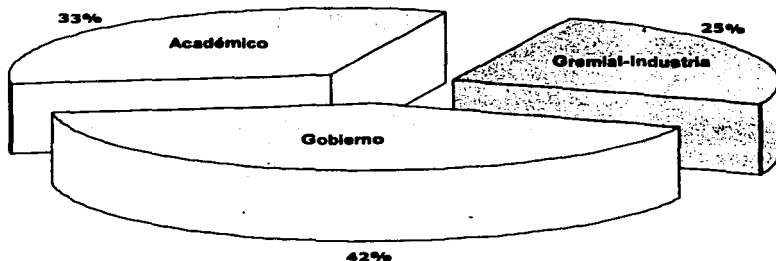
**REPRESENTACIÓN DE LA CPFEUM
(por sectores)**

Figura 2. Representación de la CPFEUM.

La Quinta Edición de la Farmacopea se publicó en 1988, y contiene una recopilación de métodos analíticos enfocados principalmente al control de calidad.

En 1990, por primera vez en la Historia de las diversas ediciones de las Farmacopeas Mexicanas, se elabora el Suplemento No.1 de la quinta edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM), en el que se integran 16 nuevas monografías y se actualizan 32. El Segundo Suplemento de la Quinta Edición de la Farmacopea se edita en 1992, incluye 84 nuevas monografías así como la actualización de 140.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

La Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos presenta, en 1994 complementando a las anteriores, la sexta edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.

Con la publicación de la Ley Federal de Metrología y Normalización en 1992, cuyo objetivo es regular la normatividad en el país, a partir de la sexta edición de la FEUM se sigue lo establecido en la NOM-001-SSA1-1993 "que instituye el procedimiento por el cual se revisará, actualizará y editará la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos" publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de junio de 1994.

En 1994 se publica el Primer Suplemento de la sexta edición, que contiene 18 monografías nuevas, la actualización de los capítulos de generalidades, envases primarios y de 242 monografías, así como modificaciones a 47 monografías, además de la inclusión de una lista de nombres genéricos.

El Segundo Suplemento de la sexta edición se editó en 1998, contiene 40 monografías nuevas, la actualización de los capítulos de generalidades, agua, envases primarios y de 299 monografías, se incluye una lista de colorantes autorizados, la legislación vigente relacionada con los medicamentos y la actualización de la lista de denominaciones genéricas.

Para dar cumplimiento a lo establecido en las modificaciones a la Ley General de Salud publicadas en el Diario Oficial de la Federación el día 7 de mayo de 1997, se edita la primera Farmacopea Homeopática de los Estados Unidos Mexicanos en 1998.

La séptima edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos enriquece el contenido de las ediciones anteriores con capítulos y monografías nuevas y actualizadas. Esta séptima edición incorpora como innovación dos nuevos capítulos: uno de monografías de perfiles de disolución y pruebas básicas para la identificación de principios activos, y otro, un listado de medicamentos registrados ante la Dirección General de Medicamentos y Tecnologías para la Salud. Contiene además nuevas y actualizadas monografías de aditivos, envases primarios, fármacos biológicos y preparados farmacéuticos, así como métodos generales de análisis. La edición incluye también la actualización del marco legal relacionado con los medicamentos siendo la primera vez que, por la cantidad de información contenida, es presentada en dos volúmenes con la finalidad de facilitar su consulta y hacerla más accesible para los usuarios.⁽¹⁶⁾

3.6 Norma Oficial Mexicana NOM-001-SSA1-93.

Esta norma establece el procedimiento por el cual se revisará, actualizará y editará la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM).

Se señala que la farmacopea nacional es de observancia obligatoria para los establecimientos donde se realice alguna de las actividades relativas a la obtención, elaboración, fabricación, preparación, conservación, mezclado, acondicionamiento, envasado, manipulación, distribución, almacenamiento y expendio o suministro al público de medicamentos, materias primas para la elaboración de éstos y colorantes usados en medicamentos, así como laboratorios de control químico, biológico,

farmacéutico o de toxicología, para el estudio y experimentación de medicamentos y materias primas.

El procedimiento que instituye esta Norma es de observancia obligatoria para la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, y tiene como objetivo asegurar la participación de los sectores público y privado en la elaboración y en la permanente revisión y actualización de la Farmacopea y sus suplementos.

El procedimiento que debe de seguir la Comisión, es el siguiente:

La revisión, actualización y edición de la Farmacopea será responsabilidad de la Secretaría de Salud, la cual se apoyará para tal efecto en la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, que tendrá las facultades que le confiere el artículo 7º fracción VIII del Acuerdo que la crea (Diario Oficial de la Federación del 26 de septiembre de 1984) cuya estructura, sistemas y procedimientos para su funcionamiento fueron aprobados en octubre de 1988 por el Consejo Directivo de la propia Comisión.

El proceso de actualización permanente involucra la revisión continua del contenido de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos por parte de los comités respectivos (Fig.3), que periódica y sistemáticamente revisan monografía por monografía para compararlas con los avances tecnológicos y científicos, en busca de nuevas especificaciones y mejores técnicas de análisis. Dicho proceso presenta dos mecanismos:

- a) En caso de que como consecuencia de la revisión continua no haya cambios, los comités comunicarán por escrito a la Subdirección de Farmacopea e Información de Reacciones Adversas de los

Medicamentos dicha resolución, dejando el coordinador o su suplente constancia por escrito para la siguiente revisión.

- b) En caso de que como consecuencia de la revisión continua surjan cambios, los comités, por medio de su coordinador, los indicarán, solicitando a la Subdirección de Farmacopeas e Información de Reacciones Adversas de los Medicamentos que integren los cambios en una nueva monografía, que posteriormente será revisada nuevamente hasta que el Comité esté de acuerdo en su contenido y el coordinador o su suplente la firme como versión final para una siguiente edición ^(15,16).

COMISIÓN PERMANENTE DE LA FEUM

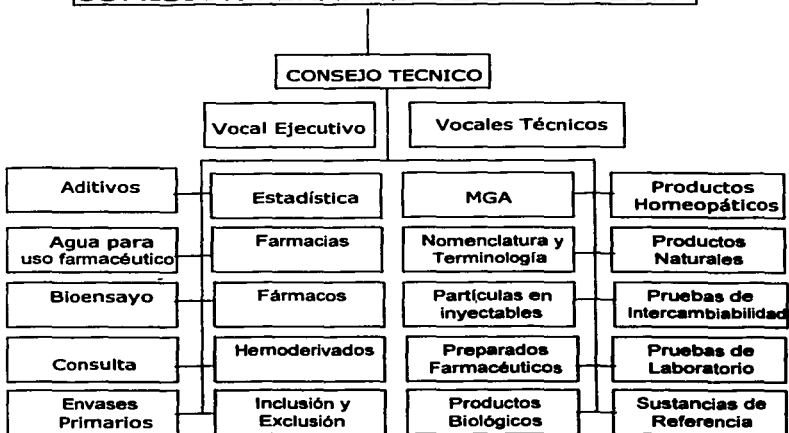


Figura 3. Comisión Permanente.

La participación de los sectores público y privado será a través de solicitudes de inclusión o exclusión de monografías, para lo cual es necesaria una comunicación que deberá dirigirse a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en la cual se explique, clara y detalladamente, su petición con la justificación técnico-científica, actualizada y suficiente, para su análisis y evaluación por parte de los expertos del Comité respectivo.

Para garantizar la participación completa de los sectores público y privado y con la finalidad de reducir las posibilidades de impactos negativos por omisiones o errores involuntarios en el contenido de la Farmacopea, durante su proceso de actualización podrán participar dichos sectores por medio de tres mecanismos:

- a) La información técnica contenida en las ediciones, suplementos y actualizaciones de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos será enviada, antes de su publicación, a los usuarios, por medio de un mecanismo denominado "Consulta a la Industria", y consiste en enviar la información técnica a la industria farmacéutica y químico farmacéutica, para que la analice, evalúe y envíe sus observaciones o comentarios.
- b) A través del llenado de un formato desprendible, disponible al final de cada ejemplar de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en el que se indicarán:
 - 1) El capítulo al cual se hace la observación
 - 2) La edición o suplemento y página
 - 3) La observación o comentario a realizar
 - 4) Datos del informante

Este formato deberá dirigirse a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.

- c) Mediante comunicación dirigida a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en la cual se explique clara y detalladamente la petición con la justificación técnico-científica, actualizada, suficiente para el análisis y evaluación por parte de los expertos del Comité respectivo.

El Consejo Directivo de la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos decidirá cuándo se deba editar cada nuevo suplemento, no rebasando el plazo de 3 años, así como el número de suplementos que serán integrados en una nueva edición, lo que dependerá exclusivamente de la cantidad de material técnico que se tenga acumulado.

El mecanismo de participación para la revisión de la FEUM contemplado en el inciso b), permite la participación directa de los usuarios y representa una oportunidad para incidir en la calidad de la publicación, por lo que en todas las propuestas que se presenten deben considerarse las Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL).⁽¹⁵⁾

3.7 Guía de Procedimientos Adecuados de Laboratorio Analítico.

En esta guía se establecen los puntos que se deben considerar para alcanzar el objetivo de todo laboratorio analítico que es el obtener resultados confiables es decir exactos y precisos.

Exactos por la identidad entre el valor real y el resultante del análisis; precisos (repetibles) por la coincidencia entre los resultados analíticos de diferentes análisis de una misma muestra y por la reproducibilidad que se establece a partir de los resultados analíticos de una misma muestra efectuada por diferentes laboratorios. Estas características forman parte de la confiabilidad, pero ésta además debe estar respaldada por un Sistema de Garantía de Calidad que permita reconstruir y documentar el procedimiento analítico seguido.⁽⁴⁾

Como recomendaciones generales, se señalan las siguientes:

3.7.1 Organización

Es necesario que la organización del laboratorio cubra dos grupos de requerimientos:

- a) Requerimientos Técnicos.
- b) Requerimientos Legales.

El objetivo general que se persigue desde un punto de vista técnico, es el de efectuar determinaciones analíticas exactas y precisas (repetibles y reproducibles), es decir confiables. Desde el punto de vista legal, el laboratorio debe estar organizado de manera que en todas sus actividades pueda cumplir con las disposiciones reglamentarias que establece la Ley en sus diferentes aspectos sanitarios, fiscales, de pesas y medidas, laborales, etc.

Dentro de los requerimientos técnicos se deben contemplar las siguientes secciones:

- Personal
- Instalaciones
- Reactivos, Materiales, Equipos e Instrumentos
- Investigación Técnica (Métodos Analíticos empleados en el Laboratorio)
- Procesamiento de muestras
- Seguridad
- Garantía de calidad
- Sistema de Garantía de Calidad
- Documentos, procedimientos Generales y Archivo.⁽⁴⁾

3.7.2 Personal

Se debe contar con un organigrama en el que se definan claramente las funciones y responsabilidades del personal integrante del laboratorio.

Dentro de los elementos que integran la compleja estructura de las Prácticas Adecuadas para el Laboratorio Analítico (BPL), se ha considerado en primer término lo relativo al personal que debe laborar en el laboratorio, ya que por eficiente que sea la organización, por completos que sean los recursos materiales, jamás se obtendrán resultados confiables si no se cuenta con un personal bien seleccionado que tenga alta capacidad técnica a la par que un incorruptible sentido de la ética profesional. Se puede afirmar que esto último es tanto o más importante que la misma capacidad técnica.⁽⁴⁾

3.7.3 Instalaciones

Las instalaciones comprenden las áreas de trabajo y todos los servicios auxiliares necesarios para el funcionamiento de dichas áreas, por lo que hay que tener en cuenta los siguientes puntos, según el tipo de trabajo que se realiza:

- Características Arquitectónicas: superficie, ventilación, iluminación y acabados.
- Equipos Auxiliares: Campanas de extracción (de gases, de flujo laminar), hornos, estufas y autoclaves.
- Servicios Auxiliares: energía eléctrica, agua, drenaje, gas combustible, oxígeno, nitrógeno, vacío, aire comprimido, aire acondicionado, identificación de líneas de servicio.
- Mobiliario: Mesas, estantes, sillas y tarjeteros.
- Zonas de lavado: Es importante señalar que cada una de las áreas de trabajo (Análisis químicos, Instrumentales, Microbiológicos y Biológicos) deberá contar con una zona propia de lavado y almacenamiento del material que utilicen. Dentro de esta área también deberá estar la zona de secado y de almacenamiento de material limpio.
- Zonas de Almacenamiento: De material, reactivos y de instrumentos.
- Área de Servicios Administrativos: Sección de recepción y registro de muestras, sección de entrega de resultados de muestras, biblioteca, archivo general técnico, archivo de documentación oficial, Sección de compras y pago a proveedores, contabilidad, servicios sanitarios y casilleros, sección de mantenimiento y limpieza.⁽⁴⁾

3.7.4 Equipo e Instrumentos

El laboratorio debe contar con los equipos e instrumentos adecuados a sus necesidades y recursos, para llevar a cabo los procesos analíticos cualitativos y cuantitativos.

Se deberá contar con un registro de cada uno de los equipos que contenga la siguiente información general: Nombre y marca del equipo, descripción resumida, modelo, serie y fecha de adquisición, número de inventario, nombre del fabricante o representante, compañías que proporcionan servicio. Se deberán adjuntar también, los manuales que proporciona el fabricante, instructivos de uso, etc.

Todos los instrumentos se someterán a una revisión periódica de calibración y mantenimiento para verificar su exactitud, sensibilidad y reproducibilidad.

Los equipos se someterán a un servicio periódico de mantenimiento y si es necesario de calibración.⁽⁴⁾

3.7.5 Reactivos

Otro aspecto que debe considerarse en las BPL son los reactivos y estándares que se utilizan, la calidad necesaria de los reactivos, según el caso, y control de los mismos.

3.7.5.1 Soluciones Reactivo (SR)

La concentración de estas soluciones no está sujeta a determinación analítica, por lo que deberá contener una etiqueta solo con los datos del nombre del reactivo, concentración, fecha de preparación, preparador y fecha de caducidad.

3.7.5.2 Soluciones Valoradas (SV)

Son todas aquellas soluciones cuya concentración está sujeta a determinación analítica, por lo que su etiqueta de identificación deberá contener los siguientes datos: Nombre de la solución, título, fecha de preparación y titulación, fecha de la última retitulación, preparador y analista.

3.7.5.3 Sustancias de Referencia

Dependiendo de su procedencia las sustancias de referencia se pueden dividir en:

Sustancias de Referencias Primarias

Son aquellas que proporcionan los organismos autorizados internacionalmente, por ejemplo OMS.

Sustancias de Referencia Secundarias

Son aquellas que se adquieren de fuentes confiables, como es el caso de COSUFAR, USP, BP., etc., para efectuar los análisis rutinarios con los métodos que aparecen en los textos aprobados.⁽⁴⁾

Sustancias de Referencia Internas de Trabajo

Son aquellas obtenidas de materias primas de alta calidad farmacopéica y cuyos parámetros se han comprobado mediante análisis efectuados por el propio laboratorio.

Sustancias de Referencia proporcionadas por el Solicitante del Análisis

Estas sustancias se utilizan sin comprobación analítica del laboratorio. Su calidad será responsabilidad de aquél.

Las Sustancias de Referencia se manejarán de acuerdo a las indicaciones consignadas en la última edición de la FEUM en los textos oficiales y con las precauciones señaladas en su etiqueta.

3.7.5.3 Medios de Cultivo

Los medios de cultivo se almacenarán aislados de los demás reactivos. Se verificará su calidad realizando las siguientes pruebas:

- Promoción de crecimiento para microorganismos específicos al medio.
- Determinación de sensibilidad.
- Determinación de pH antes y después de esterilizar el medio.

Cultivos Microbianos (Cepas)

Se debe indicar en la etiqueta de identificación el origen de la cepa: SSA, ATCC, etc.

Se deberán almacenar de tal manera que se garanticen sus condiciones de actividad y pureza.⁽⁴⁾

3.7.6 Material de Laboratorio

El material de laboratorio comprende el conjunto de matraces, vasos de precipitado, cápsulas, pipetas, buretas, etc., del cual se debe llevar un control desde que se solicita y se recibe, así como de su manejo y utilización, ya que esto es de gran ayuda para asegurar y dar confianza a los resultados de los análisis y pruebas que se efectúan en el laboratorio.

El material volumétrico debe ser clase A y calibrarse cuando sea necesario.

3.7.7 Métodos Analíticos Empleados en el Laboratorio

3.7.7.1 Bibliografía

El laboratorio deberá tener una biblioteca que contenga como mínimo: La Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, última edición; las Farmacopeas de los países más adelantados en el campo de investigación farmacéutica, como por ejemplo, los Estados Unidos de Norteamérica, el Reino Unido, Francia, Italia, así como el Código de Regulaciones Federales de los Estados Unidos (CFR).

Este mínimo puede ser ampliado con todos aquellos textos que se consideren útiles como el Codex Francés, AOAC, revistas técnicas, textos sobre temas analíticos varios como análisis de vitaminas, análisis de aminoácidos, etc. ⁽⁴⁾

3.7.7.2 Técnicas Analíticas

En general, los análisis practicados en los laboratorios industriales farmacéuticos pueden dividirse en:

- Análisis de Materias Primas
- Análisis de Productos Intermedios
- Análisis de Productos Terminados

3.7.7.3 Métodos Analíticos

Los métodos analíticos que se llevan a cabo pueden comprender identificación, determinación de impurezas y valoración cuantitativa. Las características fundamentales que deben poseer los métodos analíticos son especificidad, sensibilidad, exactitud y precisión.

Los métodos analíticos pueden dividirse por su origen en:

Métodos Analíticos Farmacopéicos

Métodos Analíticos Oficiales

Métodos Analíticos no Oficiales

Métodos Analíticos Desarrollados Internamente en el Laboratorio

Métodos Analíticos Desarrollados por el Solicitante del Análisis.⁽⁴⁾

Métodos Farmacopéicos

Son aquellos que aparecen en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Si por alguna razón éstos no pudieran aplicarse, se utilizarán los métodos consignados en las farmacopeas de otros países.

Métodos Oficiales

Se consideran métodos oficiales aquellos que aparecen en AOAC, Codex, etc., y en las diferentes Normas Oficiales Mexicanas (NOM) y Normas Voluntarias (NMX).

Métodos no Oficiales

Estos métodos son aquellos que aparecen en la literatura técnica, algunas veces como métodos tentativos o propuestos para su inclusión en farmacopeas y demás textos oficiales.

Métodos Desarrollados Internamente por el Laboratorio para Materias Primas, Productos Intermedios (granel) y Productos Terminados

Cuando no existan métodos analíticos de las categorías mencionadas, o bien cuando por alguna razón particular éstos no puedan utilizarse, se desee mejorarlos o se hayan obtenido resultados dudosos al aplicarlos, el laboratorio podrá desarrollar sus propios métodos. En ese caso, siempre deberá ser comprobada estadísticamente la validez del método, por lo que se refiere a especificidad, sensibilidad, exactitud y precisión.⁽⁴⁾

Métodos Analíticos Desarrollados por el Solicitante del Análisis

En algunos casos, cuando se trata de laboratorios auxiliares a la regulación sanitaria, el solicitante del análisis proporcionará su propio método analítico, en estos casos, el método se considerará como ya comprobado, el laboratorio lo aplicará al análisis de la muestra y se limitará a reportar los resultados obtenidos con dicho método.

3.7.8 Procesamiento de las muestras

Todo análisis que se practique deberá estar convenientemente identificado y registrado en forma permanente, por lo que todas las muestras que se reciban seguirán en general, los siguientes pasos:

Recepción y Registro

Almacenamiento previo al Análisis

Emisión de la Orden de Análisis

Análisis

Informe Analítico

Almacenamiento de Muestras de Retención

Se deberá contar con una zona específica de recepción de muestras y se llevará un registro de éstas con los datos de la fecha de entrada, solicitante, nombre de la muestra, número de lote, descripción física de la muestra, pruebas solicitadas, método analítico a emplear, origen de la sustancia de referencia, número de identificación de la muestra.

Al terminar el análisis, el analista que lo efectuó redactará un informe en el que aparezcan todos los datos consignados en la ficha de registro de la muestra. De ser necesario se almacenará una muestra de retención.⁽⁴⁾

3.7.9 Seguridad

La seguridad de operación en un laboratorio analítico tiene implicaciones físicas y psicológicas en el personal, que permiten incrementar cuantitativa y cualitativamente su rendimiento en el desempeño de sus labores. Debido a esto es importante localizar las fuentes potenciales de riesgo que pueden ser:

Reactivos

El riesgo originado por los reactivos puede deberse al almacenamiento inadecuado y al manejo de los mismos.

Material de Vidrio

El material de vidrio estrellado o desportillado deberá ser desechado ya que siempre representa un riesgo.

Reacciones Químicas

Toda reacción química debe ser vigilada desde su inicio hasta su término, así como debe asegurarse la eliminación adecuada de los residuos de la misma.⁽⁴⁾

Fuentes de Energía

Es fundamental considerar los riesgos originados por energía eléctrica, gas y calor.

En cuanto a la energía eléctrica es necesario vigilar el estado de cables y conexiones. Deben instalarse conexiones con líneas de tierra. Con respecto a los gases para calefacción y oxígeno, es importante vigilar las posibles fugas, el estado de llaves, conexiones, tuberías y quemadores. Asimismo, en tanques de gas, de oxígeno y de nitrógeno, deben asegurarse los tanques e inmovilizarlos antes de quitarles el capuchón. No deben rodárseles nunca.

Contaminantes de Origen Biológico

El material peligroso de origen biológico debe manejarse en campanas de flujo laminar vertical. El material que se haya utilizado en microbiología deberá ser esterilizado antes de pasarlo a la recepción de material sucio en la zona de lavado. Cuando accidentalmente se rompa en el piso una caja petri o un tubo con material contaminado o contaminante deberá existir un instructivo que indique lo que se tiene que hacer.

Vacío o Presión

Cuando se requiera vacío o presión, se usarán las precauciones habituales tanto para aumentar la presión como para disminuirla.

Además se recomienda el uso de batas de algodón, guantes estériles para manejo de material potencialmente peligroso, anteojos y/o

mascarillas, bulbos para pipeteado, botas de hule para limpieza de los locales.⁽⁴⁾

3.7.10 Sistemas de Garantía de Calidad

Para que el laboratorio analítico pueda garantizar la calidad de sus procedimientos deberá seguir las recomendaciones de la Guía de Prácticas Adecuadas para el Laboratorio Analítico, además de apoyarse en una serie de manuales de operación que permitan cumplir con las indicaciones consignadas en ella. Estos manuales son:

- El Manual de Políticas de Calidad del Laboratorio
- El Manual de Procedimientos Estándar de Operación
- El Manual de Validación de Procedimientos, Procesos y Sistemas
- El Manual de Control de Calidad
- El Manual de Auditorías al Sistema de Garantía de Calidad

3.7.11 Documentos, Procedimientos Generales y Archivo

En todo sistema de Garantía de Calidad es muy importante la documentación, ya que tiene varios propósitos:

- Evitar el riesgo de error inherente al manejo de la información mediante comunicación verbal.
- Poder reconstruir la historia de cualquier actividad que se haya desarrollado desde su origen hasta su terminación.
- Poder utilizar las experiencias de las operaciones efectuadas para aplicarlas a nuevas actividades.⁽⁴⁾

La redacción de todos los métodos analíticos, documentos e informes serán de forma clara y precisa, usando el vocabulario más sencillo posible.

Los documentos se archivarán por grupos que reúnan información semejante, en los casos en que la información contenida en los documentos sea variada, puede usarse el índice cruzado que permita localizar cualquier información desde el punto de vista que se requiera. Los laboratorios adscritos a la industria farmacéutica mantendrán en los archivos los informes de los análisis practicados en productos terminados, principios activos y excipientes durante un año después de la fecha de la caducidad y cinco años después de la fecha de análisis si no tuviera fecha de caducidad. Los demás documentos se mantendrán archivados por el tiempo que fijen los requerimientos legales o bien por el tiempo que los requerimientos técnicos lo pidan.

El laboratorio deberá contar con los siguientes documentos de manera accesible:

- a) **Licencias y Responsivas Sanitarias.**
- b) **Documentación necesaria para cumplir con los demás requerimientos Legales.**
- c) **Manual de Política de Garantía de Calidad del Laboratorio**
- d) **Manual de Procedimientos de Validación.**
- e) **Manual de Procedimientos de Control de Calidad.**
- f) **Manual de Auditorias de Calidad.**
- g) **Registro de Resultados Analíticos.**
- h) **Registro de Métodos Analíticos.**
- i) **Registro de Calibración de Instrumentos, Equipo y Material.**
- j) **Registro de Soluciones Valoradas y Reactivos.**
- k) **Registro de Sustancias de Referencia.⁽⁴⁾**

4. PARTE EXPERIMENTAL

Al utilizar la FEUM se han encontrado errores, omisiones e imprecisiones por lo que es necesario revisarla y las observaciones que se encuentren, presentarlas justificadas como propuestas a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos para que se evalúen y, de ser aceptadas se incluyan estas aportaciones en la siguiente edición.

En este trabajo se revisa únicamente una parte del Capítulo de Métodos Generales de Análisis (MGA), aquellos relacionados con el análisis de las grasas y aceites fijos.

Se utiliza la siguiente secuencia general de trabajo:

- 1°. Revisar lo publicado en la 7ª. Edición de la FEUM.
- 2°. Señalar las omisiones, imprecisiones y errores evidentes.
- 3°. Comparar el MGA con el equivalente publicado tanto en USP 25-NF 20 como en BP 2002 y señalar las diferencias que haya entre las farmacopeas.
- 4°. Analizar las diferencias.
- 5°. Establecer propuestas para:
 - corregir errores
 - subsanan omisiones
 - y/o sugerir cambios o adiciones.

La idea inicial fue abordar la revisión de los MGA en el orden en el que aparecen en la FEUM, por lo que se comenzó con el MGA 0001. Índice de Acidez, p. 177, de la revisión surge, entre otras, una propuesta para agrupar las determinaciones relacionadas con grasas y aceites fijos.

4.1 MGA 0001. INDICE DE ACIDEZ

1°. Revisión del MGA

2°. Se observan las siguientes imprecisiones:

- En el último párrafo de las recomendaciones especiales se utiliza la palabra "alcohol" y después en el segundo párrafo del procedimiento se usa la palabra "etanol" para designar al mismo disolvente.
- No se usa la abreviatura oficial de gramos en la definición del Índice de Acidez, así como en el primer párrafo del procedimiento en donde se indica la cantidad de muestra a disolver y en el párrafo de los cálculos en la definición de m.
- No se usa la abreviatura oficial de miligramos en la definición del Índice de Acidez.
- No se utiliza la abreviatura oficial de mililitros en el párrafo de los cálculos en la definición del volumen.

- No se utiliza la abreviatura oficial de Solución Indicadora (SI) en el tercer párrafo del procedimiento, cuando se refiere a la solución de fenolftaleína.
- No se precisa cuando las soluciones deben ser volumétricas

3°. La comparación con USP y BP permite conocer la forma en que ambas publicaciones manejan esta información. Resulta interesante señalar que en ambas se agrupa esta determinación junto con otras (USP <401> y BP. Apéndice X), las cuales tienen en común que se utilizan para el análisis de los aceites fijos y grasas. En FEUM todas estas determinaciones aparecen por separado con un MGA diferente.

- Tanto BP. como USP manejan en todos los casos las abreviaturas oficiales.
- Cuando se refieren al disolvente, se utiliza, en todos los casos, el mismo término.
- Siempre que es necesario se precisa si la solución es volumétrica (SV).
- En USP se encuentra un párrafo que no se encuentra en FEUM, que establece las modificaciones que se tendrían que hacer, si el volumen del titulante utilizado es menor a 2 mL.

4°. Del análisis de estas diferencias se encontró, que es una ventaja agrupar ya que resulta más operativo, facilita la consulta y permite visualizar todas las pruebas que deben realizarse a las grasas y aceites fijos.

Además de que resulta en el mejor aprovechamiento del espacio, ya que se sugiere incluir la preparación de la muestra sólo al inicio del MGA propuesto y no como actualmente, que se incluye en cada uno de los siguientes MGA 0001, 0371, 0541, 0791 y 0813.

La información que se refiere al tratamiento de la muestra cuando ésta se conservó con CO₂ se sugiere que solo se mencione en las pruebas de Índice de Acidez y de Índice de Saponificación.

La inclusión del párrafo acerca de las modificaciones que se tendrían que hacer, si el volumen del titulante requerido es menor a 2 mL permite garantizar resultados confiables.

5°. Como resultado de la revisión, comparación y análisis se presentan a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos las siguientes propuestas, divididas en 2 grupos.

Propuestas particulares

A. En el MGA 0001 Índice de Acidez p. 177, se sugiere utilizar el término alcohol en lugar de etanol, como lo indica FEUM en la información general.

El uso indistinto de términos para referirse a lo mismo, puede provocar confusión en el analista o influir en la dinámica del trabajo.

B. Se sugiere adicionar la siguiente información:

"Si el volumen de la SV de hidróxido de potasio 0.1 N requerida para la titulación es menor a 2 mL, puede utilizarse un titulante más diluido o ajustar adecuadamente el tamaño de la muestra.

Los resultados pueden ser expresados en términos del volumen del titulante usado o en términos del volumen equivalente de hidróxido de potasio 0.1 N".

Según se establece en USP 25 en esta determinación.

- C. Se propone agrupar en un solo MGA los siguientes métodos generales de análisis ya que todas son determinaciones para grasas y aceites fijos.

Página	MGA
177	0001 Índice de Acidez
269	0371 Índice de Ester
286	0491 Índice de Hidroxilo
308	0541 Determinación de Materia Insaponificable
332	0681 Índice de Peróxido
346	0791 Determinación de Índice de Saponificación
349	0813 Temperatura de Solidificación de Ácidos Grasos
418	1001 Índice de Yodo

Incluir la preparación de la muestra al inicio del MGA propuesto. La información que se refiere al tratamiento de la muestra cuando se conservó con CO₂ se sugiere que sólo se mencione en las pruebas de Índice de Acidez y de Índice de Saponificación.

Otras determinaciones generales (MGA) relacionadas con el análisis de grasas y aceites fijos que aparecen publicadas en FEUM 7ª Edición, son:

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

MGA 0002. Determinación de Aceites Extraños

MGA 0003. Identificación de Aceites Fijos

MGA 0004. Investigación de Aceites Fijos en otros Aceites

MGA 0103. Determinación de Antioxidantes en Grasas

MGA 0499. Prueba Límite de Impurezas Alcalinas en Aceites

Deberá analizarse la posible inclusión de éstas en el MGA propuesto, en un estudio futuro .

Se encontró que las omisiones o imprecisiones en el uso de abreviaturas oficiales son comunes a varios MGA por lo que se decidió presentar varias propuestas generales que se apliquen a todos los MGA que lo requieran. Ya que estas propuestas se refieren a uniformar la información para que el usuario pueda tener una mayor comprensión de los métodos.

Propuestas generales

A. Que en todos los casos en los que sea necesario conocer la concentración exacta de las soluciones que se utilizan, se indique SV de la solución que corresponda.

La abreviatura SV (Solución Volumétrica) lleva implícita la obligación de conocer el título exacto, dato que se requiere para realizar los cálculos correspondientes.

- B. En todos los casos en los que el volumen es un parámetro fundamental se sugiere poner la indicación del volumen con ____ .0 mL lo que significa que deberá utilizarse material volumétrico para su medición.

La indicación que se propone apoyará la labor del químico analista al evitar que cometa errores.

- C. Que en todos los casos se expresen las cantidades y las unidades de forma semejante.

Se sugiere utilizar el número (con decimales, según el caso) y la abreviatura oficial de la unidad, esto permitirá contar con información uniforme.

- D. Se sugiere usar siempre la abreviatura SI en todos los casos en donde se establece utilizar solución indicadora.

Esto dará una mayor claridad a las técnicas y permitirá hacer un uso eficiente del espacio para la escritura de las metodologías. Además de utilizar la abreviatura que se establece en MGA 0831 p. 350 Soluciones Indicadoras (SI).

4.2 MGA 0371. ÍNDICE DE ÉSTER

1°. Revisión de lo publicado.

2°. Se observan las siguientes imprecisiones:

- No se usan las abreviaturas oficiales de miligramos y gramo en la definición del Índice de Éster.
- No se usa la abreviatura oficial de mililitros en el párrafo de los cálculos en la definición de volumen.
- No se usa la abreviatura oficial de gramos en el párrafo de los cálculos en la definición del peso de la muestra.
- No se precisa cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- Hay un error ortográfico en la definición del Índice de Éster en la palabra "estéres".

3°. Al hacer la comparación se observa que FEUM maneja un procedimiento para determinar el Índice de Éster, mientras que USP y BP solo mencionan como realizar el cálculo de éste, ya que en ambas, se obtiene de la diferencia entre el Índice de Acidez y el Índice de Saponificación.

Además se observa que tanto en USP como en BP se respeta el uso de las abreviaturas oficiales (g, mg, mL) y de las establecidas en cada publicación (SV).

4°. Aún cuando FEUM menciona que el Índice de Éster es la diferencia entre el Índice de Saponificación y el Índice de Acidez no indica que se calcule solo por esta diferencia, sino que proporciona una metodología particular para determinarlo.

Esta metodología incluye un primer paso que podría considerarse una variante del Índice de Acidez y un segundo paso que es la saponificación de los ésteres.

Se sugiere que, tal como se publica en USP y BP, se elimine la técnica y se calcule el Índice de Éster a partir de la diferencia del Índice de Acidez y del Índice de Saponificación.

La propuesta se fundamenta en que es posible obtener el índice buscado sin la necesidad de duplicar el trabajo experimental.

Aún en los casos en los que en alguna de las monografías de grasas o aceites fijos se requiera solamente del valor de Índice de Éster y ninguno de los otros dos (Acidez y Saponificación), como el método incluido en el MGA 0371 es una variante de los Índices de Acidez y de Saponificación, no representaría ningún problema determinarlo a partir de éstos y tendría como ventaja una mayor exactitud.

En el MGA 0371 se menciona, nuevamente, la preparación de la muestra por lo que se justifica la propuesta, ya considerada en el Índice de Acidez, de agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos y así evitar repetir información.

Se detectan las omisiones en el uso adecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas equivalentes a las que se señalaron en el Índice de Acidez.

Propuestas particulares

- A. En el MGA 0371 Índice de Éster, en la definición hay un error ortográfico en las palabra "estéres" ya que debe decir "ésteres".
- B. Se propone que, tal como se publica en USP y en BP se elimine la técnica y se calcule el Índice de Éster a partir de la diferencia entre el Índice de Acidez y del Índice de Saponificación. La propuesta se fundamenta en que es posible obtener el índice buscado sin necesidad de duplicar el trabajo experimental.

Propuestas generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

Agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos para evitar repetir información, como en el caso de la preparación de la muestra.

4.3 MGA 0491. ÍNDICE DE HIDROXILO

1°. Revisión del MGA

2°. Se observan las siguientes imprecisiones:

Parte experimental

- No se usa la abreviatura oficial de miligramos en el párrafo de la definición del valor de hidroxilo.
- En el primer párrafo del procedimiento no se precisa la indicación del volumen del blanco con ____0 mL.
- En el segundo párrafo del procedimiento no se hace la precisión de que el alcohol butílico que se utiliza para lavar los matraces debe ser previamente neutralizado con SV solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N, utilizando SI de fenolftaleína como indicador.
- No se precisa cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- No se utiliza la abreviatura correspondiente de mililitros en el segundo párrafo del procedimiento.
- En el párrafo de los cálculos no se usan las abreviaturas oficiales de gramos y mililitros.

3°. La Comparación del MGA con el equivalente publicado tanto en USP como en BP permite señalar diferencias entre las farmacopeas.

- Tanto USP como BP utilizan las abreviaturas oficiales
- USP hace la precisión en el volumen del blanco con ____0 mL.
- Siempre que es necesario se precisa cuando la solución debe ser volumétrica

- USP hace la indicación de que el alcohol butílico que se utiliza para el lavado debe ser previamente neutralizado con SV de hidróxido de potasio alcohólica 0.5 N, utilizando SI de fenolftaleína como indicador.
- En BP aún cuando se utiliza otro alcohol (etanol) para el lavado, si se especifica que éste debe estar previamente neutralizado.
- USP describe el procedimiento de una manera más clara y específica.

4º. Del análisis de las diferencias hay dos puntos críticos por lo que hay que señalar su importancia ya que tienen que ver con la exactitud y precisión de la técnica.

El primero de éstos se refiere a que FEUM, para la preparación del blanco indica utilizar 5 mL de piridina-anhídrido acético, la instrucción debe ser 5.0 mL del reactivo anterior (como lo señala para la muestra) ya que es fundamental la medición exacta de éste.

El segundo punto se refiere a que en el procedimiento no se establece que el alcohol butílico que se usa para los lavados debe ser previamente neutralizado con SV de hidróxido de potasio alcohólica 0.5 N, utilizando SI de fenolftaleína como indicador, omitir esta indicación altera el resultado del Índice de Hidroxilo.

5º. Como resultado de la revisión, comparación y análisis se presentan a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos las siguientes propuestas:

Propuestas particulares

- A. Que se haga la indicación 5.0 mL en la medición del volumen del reactivo piridina-anhídrido acético para la preparación del blanco de igual manera que se hace para la medición del volumen para la muestra, ya que las dos deben ser igualmente exactas y precisas.

- B. Adicionar en la técnica la información sobre que el alcohol butílico utilizado para los lavados sea previamente neutralizado a la SI fenoltaleína con SV de hidróxido de potasio alcohólica. De esta manera se evitan errores al hacer las titulaciones residuales.

Propuestas generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.4 MGA 0541 DETERMINACIÓN DE MATERIA INSAPONIFICABLE

1°. Revisión del MGA

2°. Se observan las siguientes imprecisiones

- No se hace la indicación del peso de la muestra con ____ .0 g.

- No se usa la abreviatura oficial de gramos en la fórmula del cálculo de materia insaponificable.

3°. Comparación de lo publicado con la USP y BP

- Tanto USP como BP indican el peso de la muestra con ____ .0 g.
- USP tiene un párrafo adicional que señala:

“Disolver el residuo en 20 mL de alcohol, previamente neutralizado a la fenolftaleína, adicionar SI de fenolftaleína, titular con SV de hidróxido de sodio alcohólica 0.1 N, hasta la aparición de color rosa que persista no menos de 30 segundos. Si el volumen de SV de hidróxido de sodio alcohólica 0.1 N consumido para la titulación excede de 0.2 mL, la separación de las capas fue incompleta y el residuo pesado no puede ser considerado como materia insaponificable, la prueba deberá repetirse”.

- BP utiliza un método diferente al de FEUM, por lo que no se hace la comparación.

4°. Análisis

Es importante señalar que el párrafo que no se encuentra en FEUM es necesario incluirlo para asegurar la confiabilidad de los resultados.

Propuestas Particulares

Al final de la determinación se sugiere incluir el párrafo siguiente:

“Disolver el residuo en 20 mL de alcohol, previamente neutralizado a la fenolftaleína, adicionar SI de fenolftaleína, titular con SV de hidróxido de sodio alcohólica 0.1 N hasta la aparición de color rosa que persista no menos de 30 segundos. Si el volumen de SV de hidróxido de sodio alcohólica 0.1 N consumido para la titulación excede de 0.2 mL; la separación de las capas fue incompleta y el residuo pesado no puede ser considerado como materia insaponificable, la prueba deberá repetirse”.

Según aparece en USP 25 en la misma determinación.
La propuesta permite garantizar resultados confiables.

Propuestas Generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones encontradas, que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.5 MGA 0681. ÍNDICE DE PERÓXIDO

1°. Revisión de lo publicado

2°. Se observan las siguientes imprecisiones:

- No se usan las abreviaturas oficiales de gramos, mililitros, en el párrafo de los cálculos.
- No se precisa cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- Se indica agregar 0.5 mL de SI de Almidón.

3°. Comparación

- Tanto USP como BP utilizan las abreviaturas oficiales.
- USP y BP sí precisan cuando la solución debe ser volumétrica.
- USP así como BP indican agregar 5 mL de SI de Almidón.
- USP tiene un párrafo adicional que señala:

"El volumen del titulante usado en la determinación del blanco no debe exceder de 0.1 mL".

- BP tiene un párrafo adicional que señala:

"El volumen de SV tiosulfato de sodio 0.01M usado en la titulación del blanco no debe exceder de 0.1 mL".

4°. Análisis

La FEUM indica agregar 0.5 mL de SI de Almidón y tanto en USP como en BP se utilizan 5 mL por lo que tal vez la instrucción que aparece en

FEUM sea un error mecanográfico, ya que usualmente de este indicador se utiliza alrededor de 3 mL.

Con lo que respecta al párrafo que indica el volumen máximo de titulante que debe utilizarse para el blanco que aparece tanto en USP como en BP, se sugiere adicionarlo.

Propuestas Particulares

A. Se sugiere utilizar 5 mL de SI de Almidón como lo indica USP y BP.

B. Adicionar el siguiente párrafo:

“El volumen de SV de tiosulfato de sodio 0.01M usado en la titulación del blanco no debe exceder de 0.1 mL”.

Propuestas Generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones encontradas, que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.6 MGA. 0791 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN

1º. Revisión de lo publicado

2º. Se observan las siguientes imprecisiones

- La definición del Índice de Saponificación está incorrecta.
- No se usan las abreviaturas oficiales de miligramos, gramos y mililitros en la definición del Índice de Saponificación, así como en el párrafo de los cálculos.
- No se precisa cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- En el párrafo del procedimiento no se hace la indicación del volumen con ____0 mL de hidróxido de potasio alcohólica 0.5 N.
- Se incluye el procedimiento para la preparación de la muestra que aparece en otros MGA.

3°. La comparación del MGA con el equivalente publicado tanto en USP como en BP permite señalar estas diferencias entre las farmacopeas.

- Tanto USP y BP manejan la definición correcta del Índice de Saponificación.
- USP como BP si utilizan las abreviaturas oficiales.
- USP y BP siempre precisan cuando las soluciones deben ser volumétrica.
- USP si hace la indicación del volumen de la solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5N con ____0 mL.
- USP y BP no incluyen procedimiento para la preparación de la muestra.

4°. Al analizar las diferencias encontramos que:

La definición correcta para el Índice de Saponificación debe ser:

"El Índice de Saponificación es la cantidad en mg de hidróxido de potasio requeridos para neutralizar los ácidos libres y saponificar los ésteres contenidos en 1.0 g de la sustancia".

FEUM incluye, nuevamente, en la determinación del Índice de Saponificación el procedimiento para la preparación de la muestra, por lo que se justifica la propuesta ya considerada en el Índice de Acidez, de agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos y así evitar repetir información.

5°. Como resultado de la revisión, comparación y análisis se presentan a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos las siguientes propuestas:

Propuestas particulares

Modificar la definición del Índice de Saponificación:

"El índice de saponificación es la cantidad en mg de hidróxido de potasio requeridos para neutralizar los ácidos libres y saponificar los ésteres contenidos en 1.0 g de la sustancia".

Propuestas generales

A. Agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos para evitar repetir información.

- B. Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.7 MGA 0813. TEMPERATURA DE SOLIDIFICACIÓN EN ÁCIDOS GRASOS

1°. Revisión de lo publicado

2°. Se observa lo siguiente

Se incluye, nuevamente, el párrafo de la preparación de la muestra.

3°. Comparación

- En USP no se encuentra el párrafo del procedimiento para la preparación de la muestra, ya que solo aparece al inicio del <401>.
- En BP no se encuentra publicada esta determinación.

4°. Al analizar las diferencias, se justifica la propuesta de agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos para evitar repetir información como sucede con el párrafo de la preparación de la muestra que se incluye en este MGA.

Propuesta general

Agrupar en un solo MGA las determinaciones comunes a las grasas y aceites fijos, para evitar repetir información.

4.8 MGA 1001. ÍNDICE DE YODO

4.8.1 Método de Yodo-Bromuro

1°. Revisión de lo publicado

2°. Se observan las siguientes imprecisiones

- No se usan las abreviaturas oficiales de mililitros y gramos en los cálculos.
- No se usa la abreviatura oficial de Solución Reactivo (SR) donde corresponde.
- No se hace la indicación cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- No se hace la indicación del volumen con ____0 mL cuando es necesario.
- No se hace la precisión del momento en que hay que agregar SI de almidón ya que dice "...agregando casi al final de la titulación 1 mL de almidón". Tampoco se menciona que debe seguirse la titulación hasta la desaparición del color azul.
- Se indica agregar 1 mL de almidón.

3°. Comparación

- En ambas publicaciones se usan las abreviaturas oficiales de mililitros y gramos en los cálculos.
- En todos los casos se especifica el tipo de solución utilizada.
- Se hace la indicación de cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- USP hace la indicación del volumen con ____0 mL cuando es necesario.
- Se especifica que el almidón se debe agregar cuando el color del yodo esté pálido y continuar la titulación hasta que el color azul desaparezca.
- USP tiene una nota que dice: "Si se consume más de la mitad del halógeno disponible, repetir la prueba usando menor cantidad de muestra".
- USP indica agregar 3 mL de SI de almidón y BP 5 mL.

4°. Análisis de las diferencias

- Es importante que se haga la precisión de cuando hay que agregar el almidón, para evitar errores de interpretación, además es conveniente incluir la indicación de que se debe continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.

- El párrafo que se refiere a que si se consume más de la mitad del halógeno disponible, se debe repetir la prueba usando menor cantidad de muestra, es conveniente incluirlo para todos los métodos, no solamente en el de Yodo Cloruro y en el de Bromo Piridina.
- En cuanto a la cantidad de almidón que se debe agregar, se sugiere que sean cuando menos 3 mL, ya que esto permite visualizar mejor el punto final y por lo tanto proporciona mayor confiabilidad en los resultados.

5°. Como resultado de la revisión, comparación y análisis surgen las siguientes propuestas:

Propuestas particulares

A. Agregar 3 mL de almidón cuando el color del yodo empiece a palidecer y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul, ya que esto permite visualizar mejor el punto final y por lo tanto proporciona mayor confiabilidad en los resultados.

B. Agregar el párrafo:

“Si se consume más de la mitad del halógeno disponible, se debe repetir la prueba usando menor cantidad de muestra”.

Propuestas generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.8.2 Método del Yodo Cloruro

1°. Revisión de lo publicado.

2°. Se observan las siguientes imprecisiones

- No se hace la indicación del volumen ____0 mL cuando es necesario.
- No se usa la abreviatura oficial de Solución Reactivo (SR) donde corresponde.
- Hay un error mecanográfico en el primer párrafo en la palabra "titulación" que aparece como "titilación".
- No se hace la indicación cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- No se usa la abreviatura oficial de SR en la solución de yodo cloruro.

- No se hace la precisión de la cantidad ni del momento en que hay que agregar la SI de almidón ya que dice "usando casi al final de la titulación SI de almidón como indicador" y no se menciona que debe seguirse la titulación hasta la desaparición del color azul.

3°. Comparación

- USP hace la indicación del volumen ____0 mL cuando es necesario.
- USP Y BP especifican el tipo de solución utilizada.
- USP Y BP hacen la indicación de cuando las soluciones deben ser volumétricas.
- USP indica agregar 1 a 2 mL de solución indicadora de almidón y especifica en que momento se debe añadir, además de que señala que se debe continuar la titulación hasta que desaparezca el color azul.
- En BP únicamente se indica agregar mucílago de almidón hacia el final de la titulación y continuar hasta la desaparición del color azul.

4°. Del análisis de las diferencias se señala lo siguiente:

- En cuanto a la cantidad de almidón que se debe agregar, se sugiere que sean cuando menos 3 mL, ya que esto permite visualizar mejor el punto final y por lo tanto proporciona mayor confiabilidad en los resultados.

- Es conveniente agregar la indicación de que se debe continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.
- Hacer la indicación de que el almidón se agregue en el momento en que empiece a desaparecer el color amarillo del yodo.

5°. Como resultado de la revisión, comparación y análisis se presentan las siguientes propuestas:

Propuestas particulares

A. Agregar 3 mL de almidón cuando el color del yodo empiece a palidecer y continuar la titulación hasta la desaparición del color azul, ya que esto permite visualizar mejor el punto final y por lo tanto proporciona mayor confiabilidad en los resultados.

B. Corregir la palabra "titilación" por "titulación"

Propuestas generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopéicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.8.3 Método de Bromo-Piridina

1°. Revisión de lo publicado.

2°. Se observan las siguientes imprecisiones

- No se hace la indicación del volumen ____0 mL cuando es necesario.
- El método está confuso desde que se usa un nombre diferente para referirse al método de yodo cloruro, lo llama método de yodo monoclóruo. Además se da como referencia continuar la determinación a partir de "agregar 15 mL ..." pero en el método de Yodo Cloruro no existe esa indicación.
- No aparece en el MGA correspondiente la preparación del reactivo de Bromo-piridina.

3°. Comparación

El método no aparece publicado en USP 25 en el <401> ni en la BP 2002 Apéndice X. Sin embargo, aparece publicado en la BP 1993 y 1998 dentro del Apéndice XE en donde el método aparece completo, sin hacer referencia a continuar, a partir de un punto, como el método de Yodo Monocloruro.

4°. Análisis de las diferencias

- Se sugiere que se revise y se describa el método completo como lo hace BP.
- Es necesario incluir en el MGA 0831 Soluciones Indicadoras, Papeles Indicadoras y Soluciones Reactivo la preparación de la Solución Reactivo de Bromo Piridina.

5°. De la revisión, la comparación y el análisis surgen las siguientes propuestas

Propuestas particulares

A. Revisar y describir el método completo de Bromo-Piridina

B. Incluir en el MGA 0831 Soluciones Indicadoras, Papeles Indicadoras y Soluciones Reactivo la preparación de la Solución Reactivo de Bromo Piridina.

Propuestas generales

Las propuestas para corregir las imprecisiones que se refieren al manejo inadecuado de las abreviaturas oficiales y farmacopeicas ya se presentaron como propuestas generales en el MGA 0001. Índice de Acidez.

4.8.4 Valor de Yodo de los Glicéridos de Aceite de Hígado de Bacalao

1º. Revisión de lo publicado.

2º. Se observan las siguientes imprecisiones

- Hay una inconsistencia al mencionar el MGA 0541 Determinación de Materia Insaponificable como materia no saponificable.
- Aparece como instrucción "evaporar la acetona de la materia no saponificable", y en la determinación de Materia Insaponificable no se usa este disolvente.

3º. Comparación

-No se hace la comparación porque no está publicado ni en USP 25 <401> ni en BP 2002 Apéndice X.

4º. Del análisis puede señalarse lo siguiente:

- No se debe incluir este método en este MGA, ya que en realidad no es un método general, es particular, tal vez debería aparecer en la monografía del Aceite de Hígado de Bacalao.
- Por otro lado, se sugiere corregirlo en lo que se refiere a utilizar los mismos términos al nombrar el MGA 0541, ya que debe decir Determinación de Materia Insaponificable en lugar de Materia no

saponificable, para evitar confusiones. Además de revisar la información respecto al disolvente (acetona) mencionado.

5°. Del análisis surgen las siguientes propuestas

Propuesta particular

No incluirlo en el MGA ya que en realidad no es general sino particular, tal vez debería aparecer en la monografía del Aceite de Hígado de Bacalao, pero con las siguientes correcciones:

Utilizar los mismos términos al nombrar el MGA 0541 Determinación de Materia Insaponificable y no Materia no saponificable, y así evitar confusiones. Además se debe revisar y en su caso probar experimentalmente, cual es el disolvente que debe utilizarse.

5. CONCLUSIONES

- La revisión de los Métodos Generales de Análisis MGA relacionados con grasas y aceites fijos, publicados en la FEUM 7ª. Edición permitió detectar errores, omisiones e imprecisiones importantes. Informar a la Comisión Permanente de la FEUM de éstos para que, previa a su evaluación, se corrijan, contribuirá a mejorar la publicación.
- Todas las propuestas presentadas se basaron en el uso de las Buenas Prácticas de Laboratorio que son una guía para obtener resultados confiables (exactos y precisos). Se debe señalar, que es necesario que el personal farmacéutico que se dedica al análisis de medicamentos esté capacitado en la selección, uso y manejo adecuado del material.
- De la comparación con USP 25-NF 20 y BP 2002 se obtuvo mayor información que permite enriquecer la que se presenta en FEUM.
- La participación de académicos, alumnos y personal profesional involucrado en el análisis de medicamentos, en la revisión y en la actualización de las publicaciones oficiales del área, proporciona elementos útiles para enriquecerla.

6. REFERENCIA BIBLIOGRAFICAS

1. British Pharmacopoeia Commission Secretarial, Department of Health; Volume II; 2002. Pp A218-A221.
2. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos; Séptima Edición; Tomo I y II; México 2000. Pp 177, 269, 286, 308, 332, 346, 349, 418 y 419.
3. Fessenden J. Ralph; QUÍMICA ORGANICA. Grupo Editorial Iberoamérica; EUA 1982. Pp 895-899.
4. Guía de Procedimientos Adecuados de Laboratorio Analítico; México D.F. 1988, 1989.
5. Helman, José; FARMACOTÉCNIA TEÓRICA Y PRÁCTICA; Tomo V; Compañía Editorial Continental S.A.; México 1981. pp 1429-1432.
6. Jenkinns, Glenn L., Dumez, G. Andrew; QUÍMICA FARMACÉUTICA CUANTITATIVA; Editorial Atlante S.A.; México D.F. 1951. pp 348-366.
7. Remigton; FARMACEUTICAL SCIENCIES; Edition 17th; Marck Publishing Copmany Easton; Pensilvania 1985. pp 403-405.
8. The United States Pharmacopeia 25, The National Formulary 20, United States Pharmacopeial Convention, Inc.; Official from 2002. Pp. 1934-1936.

9. <http://www.farmakos.com/farmacopea.htm> (citada octubre 2003)
10. <http://www.farmacopea.com.mx/> (citada octubre 2003)
11. <http://www.farma-utsourcing.com/pharmavision/news/admin/030217a.htm> (citada octubre 2003)
12. <http://www.msc.es/agemend/princip.htm> (citada octubre 2003)
13. <http://www.who.int/medicines/library/farmacopoeia/ltoxviii.pdf> (citada octubre 2003)
14. <http://www.who.int/medicines/organization/qsm/activities/qualityassurance/farmacopea/ipharmacop.html> (citada octubre 2003)
15. <http://www.ssa.gob.mx/unidades/cdi/nom/001ssa13.html> (citada octubre 2003)
16. <http://www.ssa.gob.mx/unidades/dgcisi/farmacopea/septima/prologo.html> (citada octubre 2003)

TESIS U...
FALLA DE ORIGEN

7. ANEXO I

7.1 Formato de comentarios a la Comisión Permanente de la FEUM

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la comisión permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones 231 y 232. Fax 5203-43-78. dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx
Señalando:

Capítulo:

Tomo:

Página:

Observación, comentario:



INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA:

DIRECCIÓN:

TELÉFONO Y/O FAX:

NOMBRE Y FIRMA:

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: 1
Página: 286

Observación, comentario*:

PROPUESTA

En la determinación Índice de Hidroxilo dice:

"...añadir a cada condensador para lavar las paredes, 15 ml. de alcohol butílico y emplear 10 ml más del mismo alcohol butílico para lavar las paredes..."

Se propone adicionar en la técnica información sobre que el alcohol butílico utilizado para los lavados debe ser previamente neutralizado a la SI fenolfaleína con SV de hidróxido de potasio alcohólico

Esta precisión permitirá evitar errores al hacer las titulaciones

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión.

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, U.N.A.M.
DIRECCIÓN Solano Edificio B

Depdo. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX

56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

Q.F.B. Isauro L. Carrara

Asistente Rosario J. Velázquez M. ROBERTO VELÁZQUEZ M.

21 de noviembre del 2003

* Si requiere de lójes anexas, favor de incluir.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F. Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpicm@companet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: I
Página: 418 y 419

Observación, comentario*.

PROPUESTA

En la determinación "Índice de Yodo" por el método de Yodo-Bromuro, se sugiere agregar el siguiente párrafo:

"Si se consume más de la mitad del halógeno disponible, se debe repetir la prueba usando menor cantidad de muestra".

Esta indicación proporciona mayor confiabilidad al resultado que se obtenga.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión.

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, U.N.A.M.
DIRECCIÓN Sotano Edificio B
Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX

56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

G. F. B. Isauro L. Carrera G.
Presente Rosario J. Velázquez M.

21 de noviembre del 2003

* Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarnos a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpiteum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: I
Página: 346

Observación, comentario:

PROPUESTA

En la determinación del Índice de Saponificación, la definición del mismo es incorrecta.

Se propone modificar la definición del Índice de Saponificación de la siguiente manera:

"El Índice de Saponificación es la cantidad en mg de hidróxido de hidróxido de potasio requeridos para neutralizar los ácidos libres y saponificar los ésteres contenidos en 1.0 g de la sustancia".

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión.

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA U.N.A.M.
DIRECCIÓN Sótano Edificio B
Depto. de Control Analítico
TELÉFONO Y/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

G.F.B. Izaura I. Carrera
Fasante Rosario J. Velázquez M. ROSARIO Velázquez M.

21 de noviembre del 2003

Si requiere de l copias anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

21

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpieum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: 1
Página: 286

Observación, comentario:

PROPUESTA

En la determinación Índice de Hidroxilo se indica:
"...preparar un blanco con 5 mL de reactivo de piridina-anhidrido acético..."

Se propone que se haga la indicación 5.0 mL en la medición del volumen del reactivo piridina-anhidrido acético para la preparación del blanco tal como se hace en la medición del volumen para la muestra, ya que las dos mediciones deben ser igualmente exactas y precisas.

Esto proporcionará mayor claridad a la técnica y apoyará la labor del químico analista al evitar que cometa errores.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUÍMICA, U.N.A.M.
DIRECCIÓN Sótano Edificio B

Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX

56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

G.F.R. Isaura L. Carrara
Pasante Rosario J. Velásquez M.

21 de noviembre del 2003

* Si requiere de l copias anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarnos a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: I
Página: _____

Observación, comentario*:

PROPUESTA

La FEUM 7a. Edición no tiene el índice particular del capítulo de Métodos Generales de Análisis por lo que se sugiere que se incluya en la siguiente edición, ya que es muy útil para la consulta de información.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, UNAM.
DIRECCIÓN Séptimo Edificio B
Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA O. F. B. Isauro L. Carrera G. *O. F. B. Isauro L. Carrera G.*
Pasante Rosario J. Velázquez M. *Pasante Velázquez M.*

27 de junio del 2003
* Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpieum@mpanet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS

Tomo: I

Página: _____

Observación, comentario*:

PROPUESTA

Se sugiere usar siempre la abreviatura SI en todos los casos en donde se establece utilizar solución indicadora.

Por ejemplo: En el MGA 0001. DETERMINACION DEL INDICE DE ACIDEZ p.177

Cuando se señala: "...Agregar 1 mL de solución indicadora de fenolftaleína y...".

Se debería señalar "...Agregar 1 mL de SI de fenolftaleína y...".

Esto dará una mayor claridad a las técnicas, y permitirá hacer un uso eficiente del espacio para la escritura de las metodologías. Además de utilizar la abreviatura que se establece en MGA 0831 p. 350 Soluciones Indicadoras (SI).

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, UNAM

DIRECCIÓN Sotano Edificio B

Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA G.F.R. Isaura I. Carrera *Isaura I. Carrera*

Pasante Rosario J. Velázquez M. Rosario Velázquez M.

27 de junio del 2003

* Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpteum@ampsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: TODOS
Tomo: I y II
Página: _____

Observación, comentario*: Hoja 1 de 2

PROPUESTA

Que en todos los casos se expresen las cantidades y las unidades de forma semejante;

Por ejemplo:

En el MGA 0491. INDICE DE HIDROXILO p. 286 dice:

El valor de hidroxilo es "...el equivalente al contenido de hidroxilo en 1.0 g de sustancia..."

En el MGA 0371. DETERMINACION DEL INDICE DE ESTER p. 269 dice:

El Índice o Valor de Ester es "...necesarios para saponificar los ésteres de 1 gramo de muestra.

En el MGA 0001. DETERMINACION DEL INDICE DE ACIDEZ p. 177 dice:

El Índice de Acidez es "...necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres de un gramo de la muestra.

Justificación en hoja 2

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, UNAM
DIRECCIÓN Séptimo Edificio B
Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

Q.F.B. Isaura L. Carrera G.

Pasante Rosario J. Velázquez M.

18 de junio del 2003

*Si requiere de hojas anexas, favor de incluiras.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

75

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx .

Señalando:

Capítulo: TODOS
Tomo: I y II
Página: _____

Observación, comentario: Hoja 2 de 2

Se emplea de manera indistinta 1.0 g, 1 gramo y un gramo.

Se sugiere utilizar el número (con decimales, según el caso) y la abreviatura oficial de la unidad, esto permitirá contar con información uniforme.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión.

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, UNAM.
DIRECCIÓN SOLANO Edificio B

TELÉFONO Y/O FAX

Depto. de Control Analítico

56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

Q.F.B. Issura L. Carrera G.

Pasante Rosario J. Velázquez M.

18 de junio del 2003

Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

76

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7º piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cplcum@mpanet.com.mx

Señalando:

Capítulo: TODOS
Tomo: I y II
Página: _____

Observación, comentario*:

PROPUESTA

En todos los casos en los que el volumen es un parámetro fundamental se sugiere poner la indicación del volumen con ,0 mL, lo que significa que deberá utilizarse material volumétrico.

Por ejemplo: En el MGA 0791. INDICE DE SAPONIFICACION p. 346

Cuando se indica: "...agregar 25 mL de la solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N..."

Se debería señalar: "...agregar 25,0 mL de la solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.5 N.

La indicación que se propone apoyará la labor del químico analista al evitar que cometa errores.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM:
DIRECCIÓN Sótano Edificio B
Depto. de Control Analítico

TELÉFONO V/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

Q.F.B. Issaura L. Carrera G. *Issaura*
Pasante Rosario J. Velázquez M. *ROSARIO Velázquez M.*

18 de junio del 2003

*Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.F. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANALISIS
Tomo: I
Página: VARIAS

Observación, comentario*: Hoja 1 de 2

PROPUESTA

Se propone agrupar en un solo MGA los siguientes métodos generales de análisis ya que todas son determinaciones para aceites fijos y grasas.

p. 177	MGA 0001	Índice de Ácidos
p. 269	MGA 0371	Índice de Ester
p. 286	MGA 0491	Índice de Hidroxilo
p. 308	MGA 0541	Determinación de Materia Insaponificable
p. 332	MGA 0681	Índice de Peróxido
p. 346	MGA 0791	Determinación de Índice de Saponificación
p. 349	MGA 0813	Temperatura de Solidificación de Ácidos Grasos
p. 418	MGA 1001	Índice de Yodo

De hecho, tanto USP 25 como BP 2000, los agrupan. USP en <401> y BP en Apéndice X.

Justificación de la propuesta en la hoja 2

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUIMICA, UNAM
DIRECCIÓN Sotano Edificio B
Depto. de Control Analítico
TELÉFONO Y/O FAX 56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

Q.F.B. ISABEL I. Carrera G
Fasante Rosario J. Velázquez M.

5 de junio del 2003
Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarlo a la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Cass Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Conmutador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: cpfeum@mpsnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: MÉTODOS GENERALES DE ANÁLISIS

Tomó: I

Página: VARIAS

Observación, comentario*: Hoja 2 de 2

La ventaja de agrupar estos Métodos Generales de Análisis es la operatividad para la consulta y el desarrollo práctico. Además de que resulta en el mejor aprovechamiento del espacio, ya que se incluiría la preparación de la muestra al inicio del MGA propuesto, no como actualmente, que se incluye en cada uno de los MGA 0001, 0371, 0541, 0791 y 0813.

La información que se refiere al tratamiento de la muestra cuando se conservó con CO₂ se sugiere que solo se mencione en las pruebas de Índice de Acidez y de Índice de Saponificación.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión.

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA
DIRECCIÓN

FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM
Séptimo Edificio B
Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX

55 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

O. F. R. Isaura L. Carrera G.

Fasante Rosario J. Velásquez M.

5 de junio del 2003

* Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

COMENTARIOS

Si desea hacer algún comentario u observación sobre el contenido de la Séptima Edición de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos y sus suplementos, agradeceremos a usted enviarnos la Comisión Permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en Mariano Escobedo 366 7° piso, Col. Casa Blanca, Del. Miguel Hidalgo, C.P. 11590, México D.F., Computador: 5203-49-48, 5255-05-88, 5255-05-90, 5255-05-69, 5255-05-65, Extensiones: 231 y 232. Fax 5203-43-78. Dirección electrónica: epieum@impasnet.com.mx

Señalando:

Capítulo: TODOS
Tomo: 1 y 11
Página: _____

Observación, comentario*:

PROPUESTA

Que en todos los casos en los que sea necesario conocer la concentración exacta de las soluciones que se utilizan, se indique SV de la solución que corresponda.

Por ejemplo: En el MGA 1001. INDICE DE YODO p. 418

Cuando se indica: "...titular con solución 0.1 M de tiosulfato de sodio..."

Se debería señalar: "...titular con SV de tiosulfato de sodio 0.1 M..."

La abreviatura SV (Solución Volumétrica) lleva implícita la obligación de conocer el título exacto, dato que se requiere para realizar los cálculos correspondientes.

Agradeceremos se nos informe sobre la decisión de la Comisión

INSTITUCIÓN O COMPAÑÍA FACULTAD DE QUÍMICA UNAM
DIRECCIÓN Séptimo Edificio B

Depto. de Control Analítico

TELÉFONO Y/O FAX

56 22 37 17

NOMBRE Y FIRMA

O.F.B: Isaura L. Carrera G.

Pasante Rosario J. Velázquez M.

4 de junio del 2003

* Si requiere de hojas anexas, favor de incluirlas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**PAGINACIÓN
DISCONTINUA**

8. ANEXO II

8.1 Información General sobre Grasas y Aceites fijos

Los aceites fijos y las grasas son mezclas de ésteres, de los llamados ácidos grasos (ácidos alifáticos de alto peso molecular, en particular ácido palmítico, esteárico y oleico) con glicerina.

Las variables que intervienen en las propiedades de los aceites o grasas resultantes son:

- Longitud de la cadena de los ácidos grasos
- Grado de saturación de la cadena
- Proporción relativa de los diferentes ácidos presentes en los glicéridos.

La diferencia en consistencia entre las grasas y los aceites fijos está causada por las proporciones relativas de ésteres de glicerilo líquidos o sólidos.^(5,7)

La cadena de hidrocarburos de un ácido graso puede ser saturado o puede contener dobles enlaces. El ácido más ampliamente distribuido en la naturaleza es el ácido oleico, que contiene un doble enlace.

Un ácido graso saturado forma cadenas en zigzag, que se compactan en una red y producen fuerzas de Van der Waals grandes, por lo que las grasas saturadas son sólidas a temperatura ambiente.

Los aceites son líquidos debido a la presencia de algunos dobles enlaces en la cadena, las moléculas no pueden formar una red compacta sino que tienden a enrollarse.⁽³⁾

Los ácidos grasos libres se encuentran en pequeña proporción en los aceites obtenidos por presión, dándole al producto una característica de acidez. Uno de los mayores problemas que presentan los aceites es su conservación, ya que son susceptibles de sufrir enranciamiento. Este es un proceso degradativo que consiste en varios tipos diferentes de reacciones como son:

- Hidrólisis de triglicéridos
- Oxidación a nivel de dobles enlaces
- Oxidación de ácidos grasos

Estas degradaciones tienen como consecuencia el aumento de acidez y la formación de productos intermedios, sobre todo peróxidos, aldehídos y cetonas de olor desagradable.

Algunos aceites contienen naturalmente sustancias que retrasan o inhiben el proceso oxidativo, como son tocoferoles, lecitinas, gosispol (aceite de algodón) y sesamol (aceite sésamo). También algunos compuestos orgánicos ejercen acción similar como hidroquinona, palmitato de ascorbilo, ácido nordihidroguayarático, ésteres alquílicos del ácido gálico, butilhidroxitolueno y butilhidroxianisol.⁽⁵⁾

La complejidad de mezclas de las grasas y aceites hace bastante incierta la tarea analítica de identificación de los distintos ácidos grasos y de las alteraciones y adulteraciones que pueden sufrir.

Son necesarios una serie de datos obtenidos a través de determinaciones físicas y químicas realizadas sobre las grasas y aceites para obtener la identidad y condiciones de estabilidad de los mismos. De las características químicas se obtienen los llamados "índices" los cuales presentan valores límite, según el tipo de grasa o aceite de que se trate.

Las farmacopeas de distintos países incluyen los caracteres organolépticos y determinaciones fisicoquímicas que deben cumplir los aceites de uso farmacéutico y que son:

1. **Índices físicos:** densidad, peso específico, solubilidad, índice de refracción, punto de fusión, punto de congelación, desviación polarimétrica, viscosidad.
2. **Índices químicos:** índice de saponificación, índice de yodo, acidez libre, índice de hidroxilo, determinación de materia insaponificable, índice de peróxido y prueba de rancidez,
3. **Reacciones de identificación para casos aislados:** aceites de algodón, maní, sésamo.

Los índices junto con el color, olor sabor, y ensayos especiales de identificación de una sustancia dada y de los adulterantes más comunes, constituyen la base para determinar la calidad y pureza de esa sustancia.^(5,6)

8.1.1 Índice de Acidez

La presencia de ácidos libres en los aceites, grasas y ceras se debe principalmente a la hidrólisis de los ésteres que componen esas sustancias causada por tratamientos químicos, acciones bacterianas o de la acción catalítica de la luz y el calor. Las sustancias grasas recién preparadas deben estar exentas o contienen poca cantidad de ácidos libres.

En los casos de las grasas y aceites, las normas establecen unos límites máximos y mínimos o solo mínimos para las sustancias balsámicas o resinosas; en el caso de ser rebasados se inferirá que las sustancias se han hidrolizado durante su preparación, purificación o durante su almacenamiento; por lo que se puede concluir que es de calidad inferior o que ha sido adulterado.⁽⁶⁾

8.1.2 Índice de Saponificación

La determinación del índice de saponificación es un medio para averiguar la presencia de glicéridos de los ácidos que contienen entre 16 y 18 átomos de carbono, puesto que el valor de ese índice es inversamente proporcional al promedio de los pesos moleculares de los ácidos presente en la muestra. El índice de saponificación también pone de manifiesto las adulteraciones de la muestra, por adición de materia insaponificable, tal como el aceite mineral.⁽⁶⁾

8.1.3 Índice de Éster

El índice de éster tiene importancia especial en el análisis de la cera de abeja para descubrir la presencia de adulterantes tales como la parafina. El examen comparativo de los índices de éster y acidez puede ayudar para conocer la presencia de adulterantes, como la colofonia y el ácido esteárico en la cera.⁽⁶⁾

8.1.4 Materia Insaponificable

Después de la saponificación de los aceites y grasas queda un pequeño residuo; en las grasas y aceites vegetales, este residuo está formado principalmente por fitosterol; en las grasas y aceites de origen animal, por colesterol. A veces el residuo puede estar constituido por sustancias insaponificables que se han añadido a la sustancia por analizar con propósito de adulterarla.

La determinación de la cantidad de materia insaponificable de algunos aceites, como son el aceite de linaza y el aceite de hígado de bacalao, puede indicar la calidad y pureza de los mismos.⁽⁶⁾

8.1.5 Índice de Yodo

Esta determinación es importante porque sirve para caracterización y también sirve para indicar la clase a que pertenece la grasa o aceite problema. Las clases de grasas y aceites son las siguientes:

- Los aceite secantes, como el aceite de linaza y los aceites de pescado, como el aceite de hígado de bacalao, tienen índices de

yodo mayores de 120, debido a que contienen una gran proporción de ácidos grasos no saturados.

- Los aceites no secantes como el aceite de oliva y el de almendras tienen un índice de yodo relativamente bajo, menor de 100.
- Los aceites semisecantes, como el de semilla de algodón y de sésamo, tienen índices de yodo comprendidos entre 10 y 120.
- Las grasas animales tienen índices de yodo, en general menores de 90.

Además por el examen comparativo de los índices de yodo y saponificación de una grasa o aceite se puede averiguar la adulteración de esa sustancia y frecuentemente la naturaleza del adulterante.

8.1.5 Índice de Hidroxilo

Este índice nos da indicaciones sobre la identidad y pureza de las sustancias grasas que contienen grupos hidroxilos alcohólicos.

El índice de hidroxilo es inversamente proporcional al peso molecular, por consiguiente, un índice normalmente bajo indicará una adulteración con alcoholes de mayor peso molecular o bien con sustancias grasas no alcohólicas (parafina, aceite mineral).⁽⁶⁾

8.1.6 Índice de Acetilo

El índice de acetilo de los ácidos grasos corresponde estrechamente al índice e hidroxilo de los alcoholes grasos y los dos índices tienen igual significación respecto a la identidad y pureza de las sustancias. El índice de acetilo se determina por acetilación de los ácidos grasos hidroxílicos.⁽⁶⁾