



Méthodes analytiques utilisées dans la validation de nettoyage d'actifs pharmaceutiques



Sommaire:

I. Présentation du projet Planet

II. Pourquoi utiliser la CCM Haute Performance?

III. Mises au point de méthodes

IV. Principe des méthodes d'analyse

V. Validation des méthodes



I. Présentation du projet Planet

Objectif du Projet : valider le nettoyage par rinçage par équipement

- 1) Choix du solvant
- 2) Dégressivité

Critère n° 1 : conformité de propreté visuelle

Critère n° 2 : conforme au critère d'acceptation (20 ppm pour un PA)

Critère n° 3 : dégressivité des résultats analytiques entre les 3 lavages

HSE: - Diminution des quantités de solvants utilisées

- Utilisation préférentielle de solvant les moins nocifs



II. Pourquoi utiliser la CCM Haute Performance?

Besoin d'une méthode:

Simple, rapide, analyses simultanées, faible coût >> **CCM**

Bonne efficacité, possibilité de déposer tous les solvants (même aqueux) >> **CCM HP**

Reproductible, gros volumes à déposer >> **Déposeur automatique (Camag)**

Utilisation de peu de solvant >> **Cuve automatique (Camag)**

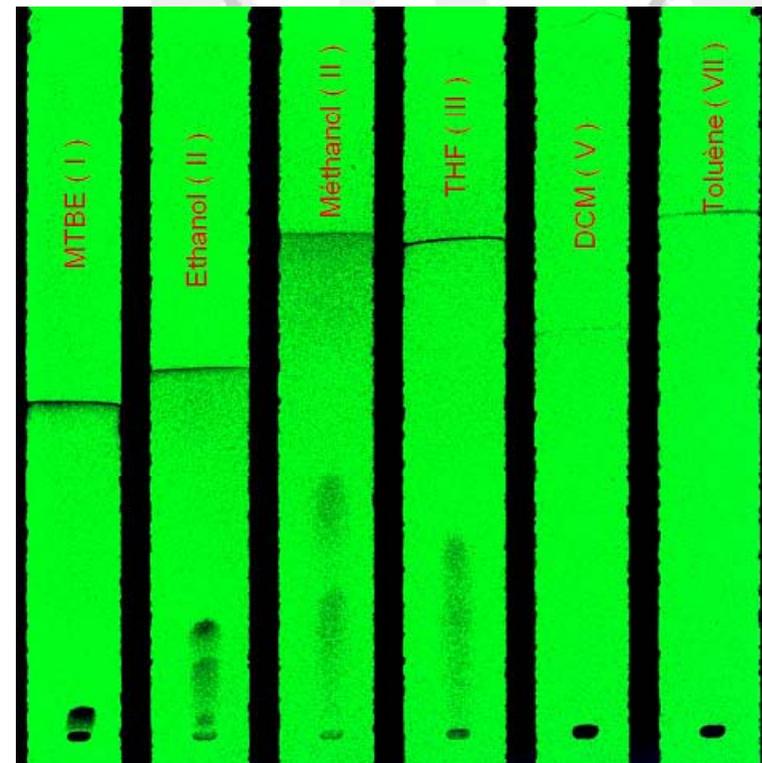
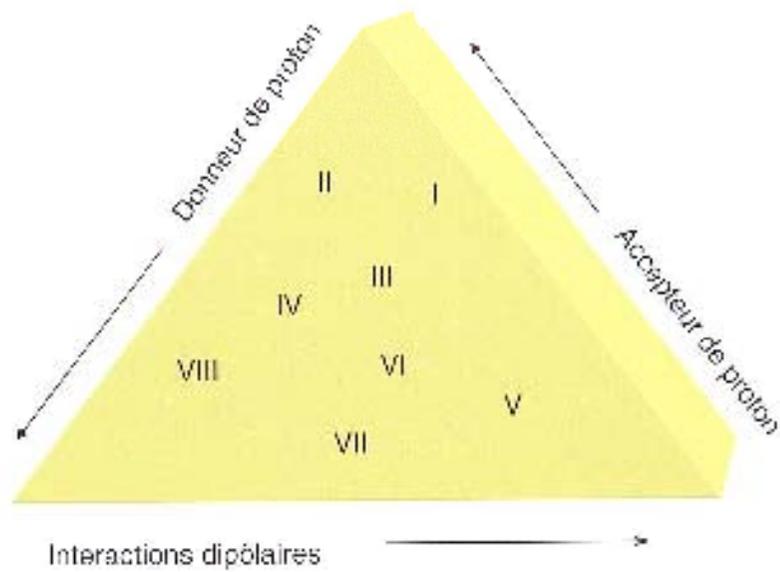
Sensible, aide à l'identification des INI >> **Détection au scanner (5 à 10 fois plus sensible qu'une lecture visuelle en UV)**



III. Mises au point de méthodes

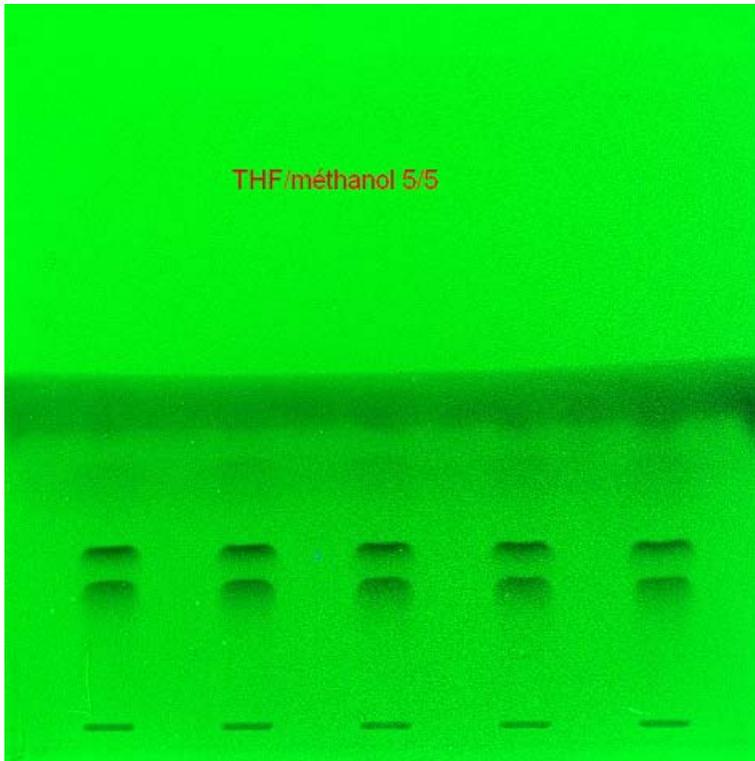
1) Test de différents solvants grâce à la cuve Vario:

Triangle de Snyder

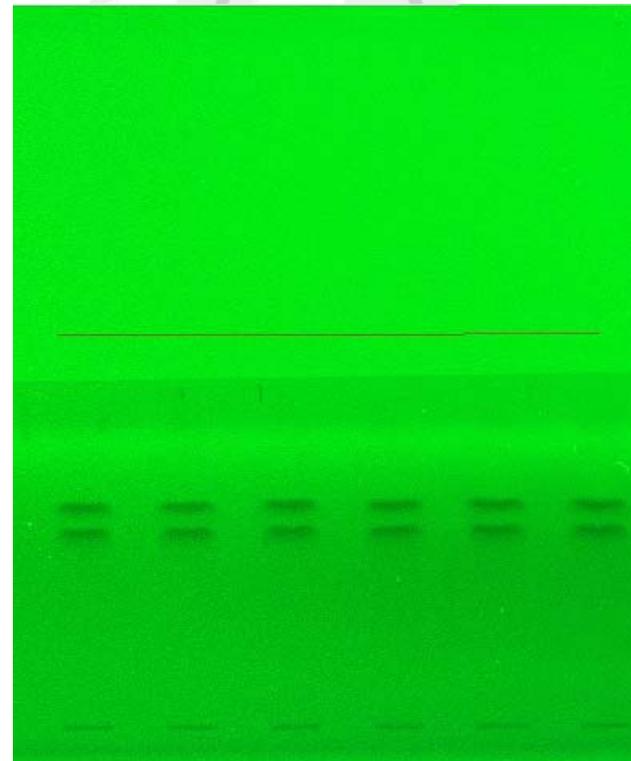




2) Mélange de solvants:



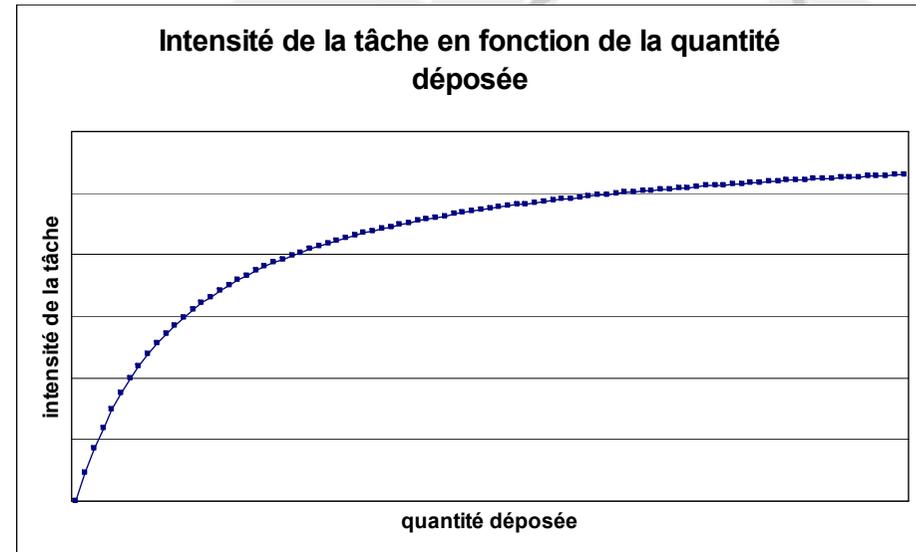
DMF (III)/THF (III)/méthanol (II) 1.5/5.5/3





IV. Principe des méthodes d'analyse

- **Semi-quantitatif**
- **Echantillons très dilués**
- **Dépôts les plus petits possibles**
- **Domaine de travail**



Seuil de quantification (SQ) = 3 x Seuil de détection

Dégressivité : dépôts de 3 témoins : T1=4xSQ

T2=2xSQ

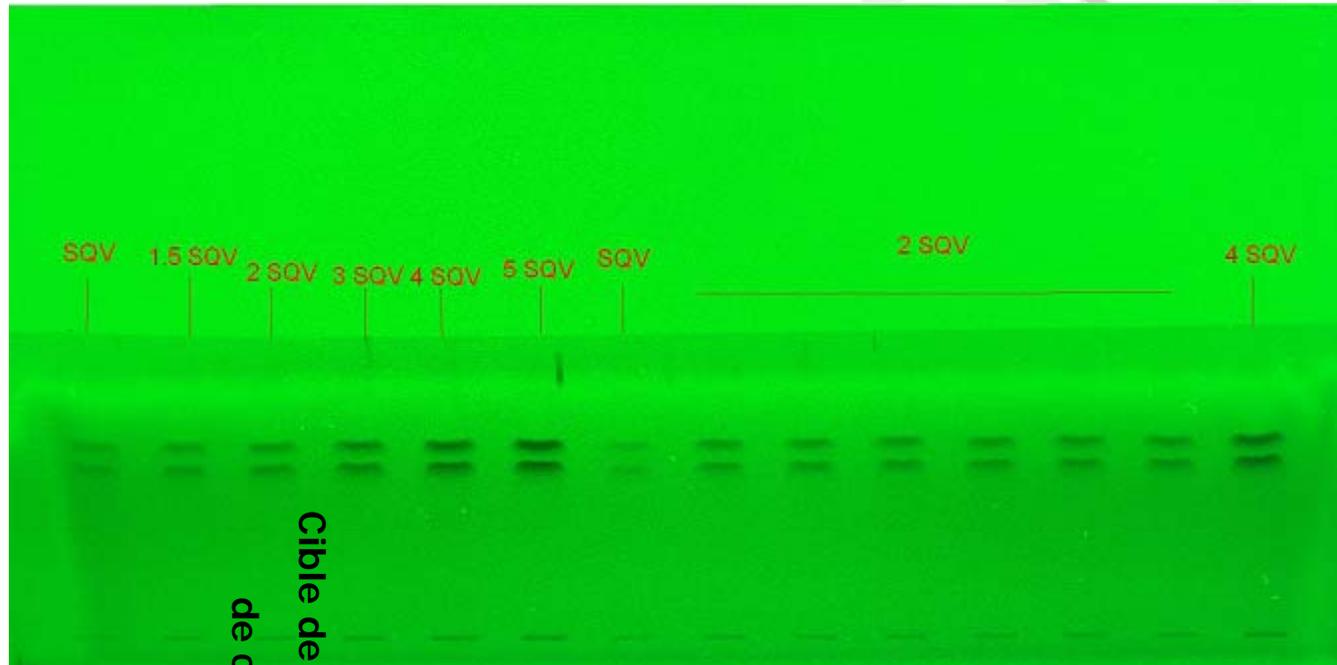
T3=SQ

Acceptabilité : dépôt d'un volume d'échantillon tel que spec \Leftrightarrow T2

Conformité : dégressivité + dernier lavage < spécification

V. Validation des méthodes

- Mesure du Rf
- Recherche du seuil de détection en visuel => SQV
- Etude de la proportionnalité et de la répétabilité visuelle

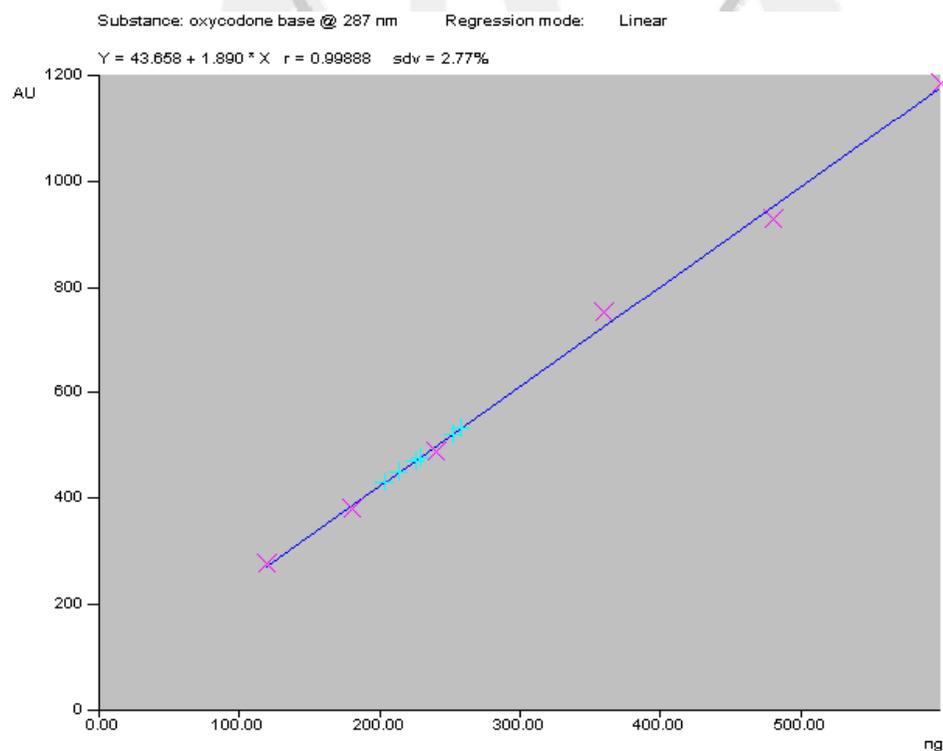
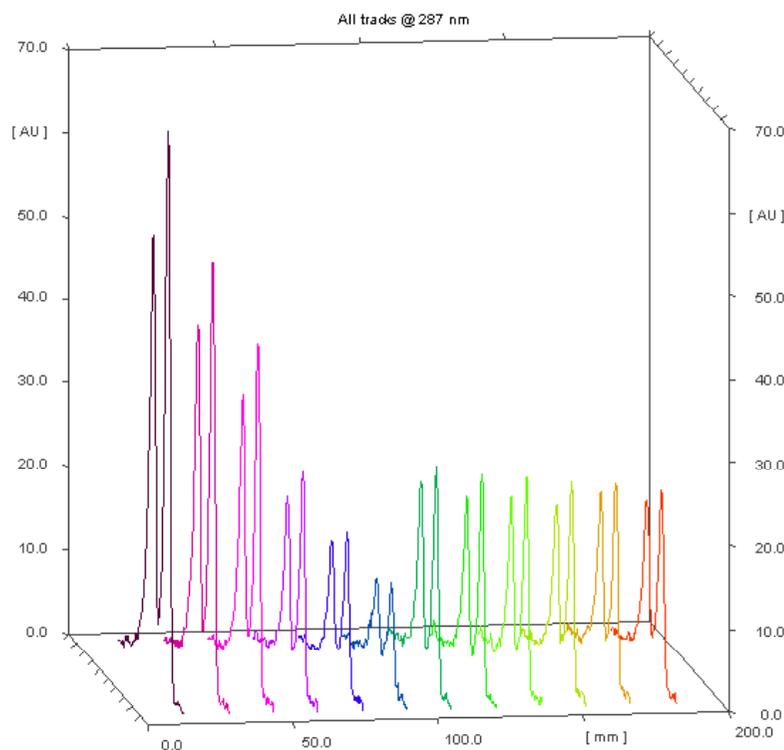


Cible de la méthode
de contrôle

-Recherche de la longueur d'onde maximum au scanner => longueur d'onde de travail

- Recherche du seuil de détection au scanner => SQλ

- Etude de la déviation et de la répétabilité au scanner



Validation : $sdv < 10\%$ et $CV < 10\%$



Merci

Avez-vous des questions?