

Využití metody sekvenční injekční chromatografie pro separaci a stanovení triamcinolon acetonidu a kyseliny salicylové v léčivém přípravku Triamcinolon-IVAX

Pavel Holík

Abstrakt

Výsledky měření potvrdily, že sekvenční injekční chromatografii je možné použít pro simultánní stanovení účinných látek v léčivém přípravku Triamcinolon – IVAX. Zjištěné výsledky dokázaly, že je tato nová generace průtokových metod alternativou HPLC v analytických laboratořích při zachování správnosti dosažených výsledků.

Optimální podmínky pro analýzu jsou: mobilní fáze acetonitril-voda v poměru 35:65 (v/v), pH 3,3 až 3,4 upraveno přidáním koncentrované kyseliny octové (99%). Množství MF potřebné pro jednu analýzu je 4 ml; množství vzorku k jedné analýze 10 μ l; průtoková rychlost pumpy 15 μ l.s⁻¹. Pro analýzu byla použita kolona Onyx™ monolithic C18 (50 x 4,6 mm) s monolitickou předkolonou (5 x 4,6 mm); detekční cela Z o délce optické dráhy 1 cm s podélným směrem paprsku vůči toku; UV–VIS spektrofotometr s nastavenou vlnovou délkou 240 nm; jako vnitřní standard byl použit propylparaben.

Metoda vykazovala tyto hodnoty: limit detekce (3 σ) pro kyselinu salicylovou 1,00 μ g.ml⁻¹, pro triamcinolon acetonid 0,66 μ g.ml⁻¹ a pro propylparaben 0,33 μ g.ml⁻¹; limit kvantifikace pro kyselinu salicylovou 3,00 μ g.ml⁻¹, pro triamcinolon acetonid 2,00 μ g.ml⁻¹ a pro propylparaben 1,00 μ g.ml⁻¹; délka jedné analýzy 5,1 min; lineární odezvu absorbance u koncentrací 3,1 až 300,0 μ g.ml⁻¹ pro kyselinu salicylovou, 6,2 až 250,0 μ g.ml⁻¹ pro triamcinolon acetonid a propylparaben, při korelačním koeficientu vyšším než 0,999; opakovatelnost měření absorbance u deseti (osmi) nástřiků pro kyselinu salicylovou při koncentracích 200,00 μ g.ml⁻¹, 85,00 μ g.ml⁻¹, 12,50 μ g.ml⁻¹, pro triamcinolon acetonid při koncentracích 20,00 μ g.ml⁻¹, 8,50 μ g.ml⁻¹, 1,25 μ g.ml⁻¹ a pro propylparaben při koncentracích 40,00 μ g.ml⁻¹, 17,00 μ g.ml⁻¹, 2,50 μ g.ml⁻¹ vykazovala relativní směrodatnou odchylku do 2,00 %, opakovatelnost měření pro retenční časy za stejných podmínek vykazovala relativní směrodatnou odchylku pro kyselinu salicylovou a triamcinolon acetonid do 1,00 %, pro propylparaben do 1,50 %.