

SEPARACE A STANOVENÍ BETAMETHASONU A CHLORAMFENIKOLU VE SLOŽENÝCH FARMACEUTICKÝCH PŘÍPRAVCÍCH POMOCÍ MONOLITNÍCH SORBENTŮ ZAPOJENÝCH V SYSTÉMU SEKVENČNÍ INJEKČNÍ ANALÝZY

Abstrakt

Byl vypracován postup separace a následného stanovení betamethasonu a chloramfenikolu v očních kapkách BETABIOPTAL[®]. Analýza probíhala za použití mobilní fáze acetonitril/voda (30:80, v/v) o pH = 5, s nastavenou rychlostí průtoku 0,6 ml min⁻¹ a vlnovou délkou detekce 241 nm pro betamethason a 278 nm pro chloramfenikol. Vnitřním standardem s podobnými vlastnostmi jako obě účinné látky byl zvolen z třinácti testovaných látek propylparaben. V první fázi vývoj separačního procesu probíhal na HPLC. Získané údaje byly v další fázi práce přeneseny na SIA systém. Monolitická kolona Chromolith^(TM) Flash RP - 18e, 25 x 4,6 mm s 5 mm předkolonou (Merck, Germany) byla zapojena mezi vícecestný ventil konvenčního (SIA) systému a průtokovou Z celou. Nejprve byl vytvořen postup krok za krokem v programu Fialab for Windows 5.0, podle kterého poté probíhala přesně naprogramovaná separační analýza. Optimalizovaná metoda byla před vlastním měřením validována, což dokládají následující údaje. Limit detekce byl pro betamethason 1,0 mg/l, pro chloramfenikol 0,5 mg/l a pro vnitřní standard propylparaben 1,0 mg/l. Limit kvantifikace byl pro betamethason 3,33 mg/l, pro chloramfenikol 1,66 mg/l a pro propylparaben 3,33 mg/l. Lineární odezvu absorbance u koncentrací 2,5 mg/l – 150 mg/l pro betamethason, chloramfenikol a propylparaben charakterizuje korelační koeficient větší než 0,999. Opakovatelnost měření absorbance byla zkoumána u osmi nástřiků každé látky při koncentracích 5,00 mg/l, 25,00 mg/l a 50,00 mg/l. Z odezvy signálu píků jednotlivých látek byla vypočítána relativní směrodatná odchylka (RSD) stanovení jednotlivých látek pro jednotlivé koncentrace, která nepřesáhla 7,6 %. Opakovatelnost měření pro retenční časy za stejných podmínek vykazovala relativní směrodatnou odchylku (RSD) nižší než 0,9 %. Přesnost systému pro stanovení šesti vzorků vykazovala relativní směrodatnou odchylku 0,8 % u betamethasonu a 2,55 % u chloramfenikolu. Délka jedné analýzy byla kratší než 500 sekund.