

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Điều kiện sắc ký, dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (3) như mô tả trong phần Tạp chất liên quan.

Pha động: Pha động A.

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (3).

Tiến hành sắc ký với thời gian gấp 1,5 lần thời gian lưu của triamcinolon acetonid.

Thời gian lưu của triamcinolon acetonid khoảng 16 min.

Tính hàm lượng phần trăm của triamcinolon acetonid, $C_{24}H_{31}FO_6$, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (3) và hàm lượng của $C_{24}H_{31}FO_6$ trong triamcinolon acetonid chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Glucocorticoid.

Chế phẩm

Kem bôi da.

KEM TRIAMCINOLON ACETONID

Là kem bôi trên da có chứa triamcinolon acetonid trong tá dược kem thích hợp.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc mềm dùng trên da và niêm mạc” (Phụ lục 1.12) và các yêu cầu sau:

Hàm lượng triamcinolon acetonid, $C_{24}H_{31}FO_6$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Thuốc kem có màu trắng hoặc trắng hơi ngà, đồng nhất.

Định tính

A. Trong phần Định lượng, thời gian lưu của pic chính trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử phải tương ứng với thời gian lưu của pic triamcinolon acetonid trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch chuẩn.

B. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Ethyl acetat.

Dung dịch thử: Lấy một lượng chế phẩm tương đương với khoảng 5 mg triamcinolon acetonid cho vào bình nón, thêm 50 ml *cloroform* (TT) và 15 g *natri sulfat khan* (TT), lắc mạnh đến khi tan, lọc và làm trong dịch lọc (nếu cần) bằng cách thêm *natri sulfat khan* (TT) và lọc lại. Làm bay hơi dung dịch thu được đến gần khô và hòa tan cần bằng 10 ml *cloroform* (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Dung dịch triamcinolon acetonid chuẩn 0,05 % trong *cloroform* (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Hỗn hợp đồng thể tích dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (1).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt 10 μ l mỗi dung dịch trên lên bản mỏng. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm, lấy bản mỏng ra để ngoài không khí. Phun hỗn hợp đồng thể tích *dung dịch natri hydroxyd* 20 % (TT) và dung dịch *xanh tetrazolium* 0,2 % trong *methanol* (TT) lên bản mỏng. Vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng về màu sắc và vị trí với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1). Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) chỉ có một vết chính.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Acetonitril - nước (30 : 70), điều chỉnh tỷ lệ nếu cần.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác khoảng 37 mg triamcinolon acetonid chuẩn vào bình định mức 50 ml, hòa tan bằng *isopropanol* (TT) và pha loãng đến định mức với cùng dung môi, lắc đều. Pha loãng 10,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml với *isopropanol* (TT). Pha loãng dung dịch thu được với cùng một thể tích pha động.

Dung dịch thử: Cân chính xác một lượng kem chứa khoảng 1,5 mg triamcinolon acetonid trong ống nghiệm 50 ml có nút đậy, thêm 20,0 ml dung dịch *isopropanol* (TT), đậy chặt nắp. Đun nóng 60 °C trong 5 min trong cách thủy, lắc cẩn thận 30 s. Lặp lại đun và lắc 3 lần. Làm lạnh trong nước đá từ 15 min đến 20 min. Ly tâm trong 15 min ở -5 °C, pha loãng dung dịch ly tâm với đồng lượng thể tích pha động. Làm lạnh trong nước đá từ 10 min đến 15 min. Lọc qua bông thủy tinh và lọc qua giấy lọc.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm $\times$ 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μ m).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 254 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μ l.

Cách tiến hành:

Tiêm lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng triamcinolon acetonid, $C_{24}H_{31}FO_6$, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{24}H_{31}FO_6$ của triamcinolon acetonid chuẩn.

Bảo quản

Trong bao bì kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chống viêm steroid dùng tại chỗ.

Hàm lượng thường dùng

Kem bôi da 0,1 %.