

Festphasen-Extraktion und HPLC-Bestimmung von Dexamethason aus Salbengrundlage

Einleitung

Dexamethason (9-Fluor-16 α -methylprednisolon), ist ein synthetisches Glukokortikoid, welches entzündungshemmend und dämpfend auf das Immunsystem wirkt. Es gehört zu den langwirkenden Glukokortikoiden und wirkt rund 30-mal stärker als die körpereigenen Kortikoide.

Bei schweren und ausgedehnten Hautkrankheiten wird Dexamethason zu Beginn der Behandlung gegeben. Dazu zählen zum Beispiel die Schuppenflechte, akute nicht entzündliche Erkrankungen der Haut mit Juckreiz (Juckflechte, Ekzem, Neurodermitis), entzündliche Rötung, Schuppung und Schwellung der gesamten Haut mit Juckreiz (Erythrodermie) oder schwere Hauterkrankungen mit Blasen- und Krustenbildung (Pemphigus vulgaris).

Material

- BEKOLut® Si Kartuschen 1000mg/6mL (Bestellnummer: B06-400-A100)
- Ethylacetat z.A.
- Cyclohexan z.A.
- Essigsäure 99% z.A.
- BEKOLut® dry (Natriumsulfat Trocknungskartuschen) (Bestellnummer: B02-600-A300)
- Dexamethason RS
- Acetonitril Gradient Grade
- Wasser f.d. HPLC

Methode

Die Probeneinwaage wird so gewählt, dass darin 1mg Dexamethason enthalten sind. Einwaagen über 3 g sollten vermieden werden.

Man löst die Probe in der Wärme in 3 mL Ethylacetat und füllt bis zur Marke (10 mL Messkolben) mit Cyclohexan zu 10 mL auf. Evtl. ist eine kurze Behandlung im Ultraschallbad erforderlich (wie lange?).

Nach Erkalten auf Raumtemperatur wird über Natriumsulfat-Trocknungskartuschen getrocknet und durch einen 0,45 μ m Filter filtriert.

1 mL Probelösung wird für die SPE genutzt.

Festphasen-Extraktion

Waschen	4 mL Ethylacetat
Konditionieren	5 mL Cyclohexan
Die Kartusche darf nach dem Konditionieren nicht trocken laufen,	
Probe aufgeben	1 mL
Waschen	5 mL Ethylacetat : Cyclohexan (1:1)
Eluieren	5 mL Ethylacetat : Cyclohexan : Essigsäure (90:5:5)

Das Eluat wird bei 50°C im Stickstoffstrom eingedampft und der Rückstand in 1 mL 30% Acetonitril aufgenommen. Nach Behandlung im Ultraschallbad und Feinfiltration über einen 0,45 μ m Membranfilter ist die Probe messfertig



HPLC-Messbedingungen

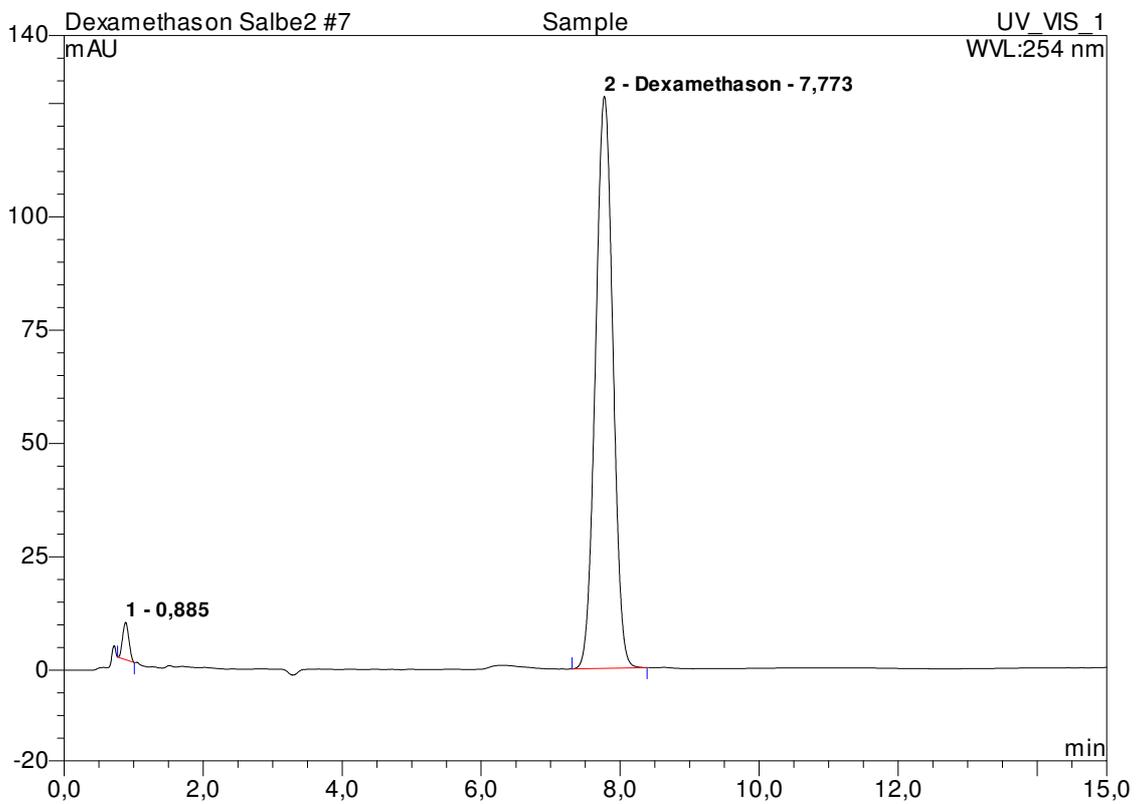
Mobile Phase	30% Acetonitril
Flussrate	1 mL/min.
Säulentemperatur	25 °C
Detektion	254 nm
Säule	Waters Symmetry 75 x 4,6mm 3,5µm
Injektionsvolumen	20µL

Es erfolgt eine externe drei Punkt Kalibrierung (80µg/mL, 100µg/mL und 120µg/mL).

Ergebnis

Bei der untersuchten Probe (Dexamethason Salbe 8 Jahre über MHD) wurde eine Wiederfindung von 75% erreicht.

Es sind keine störenden Matrixeinflüsse zu erkennen.



Zusammenfassung

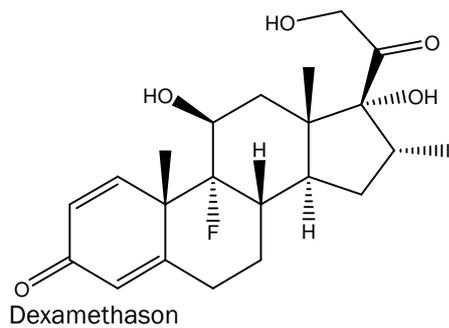
Die vorgestellte Methode zur Festphasen-Extraktion von Dexamethason aus Salben eignet sich hervorragend für den Einsatz in der Routineanalytik.

Zur Optimierung der Wiederfindung sollte ein geeigneter interner Standard eingesetzt werden.

Eine Adaption auf andere Kortikosteroide ist ohne größere Probleme möglich.

Adaptionen an andere Matrices erfordern unter Umständen größere Änderungen.

Strukturformel



bekolut

FEEL FREE TO USE QUALITY!