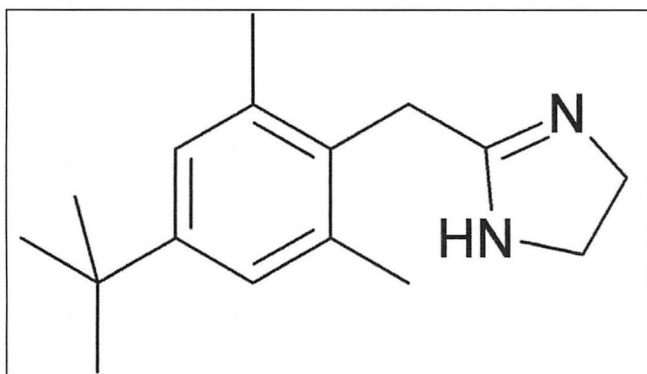


## Xylometazoline neusdruppels 0.025%

### Inleiding

Een van de doelstellingen van de ringmonsters van het WINAp is kwaliteitsborging en kwaliteitsverbetering. In het kader van het LNA Farmaceutisch Analytisch Ringonderzoek hebben wij van het WINAp een monster gekregen ter analyse van het xylometazoline HCl gehalte in neusdruppels 0.025% FNA. Deze analyse werd door ons uitgevoerd met behulp van GLC. Het resultaat was dermate slecht, dat besloten werd voor deze analyse een HPLC-bepaling op te zetten.



### Materialen en methode

#### HPLC-systeem

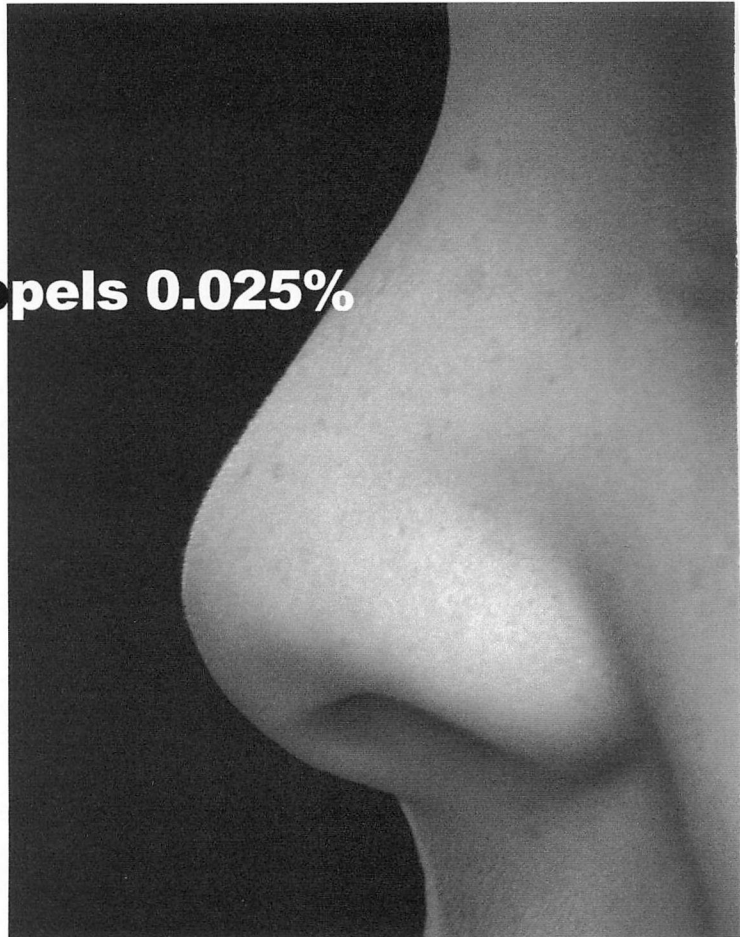
Apparatuur	: Alliance 2695 Separation Module met 996 Photo Diode Array Detector.
Kolom	: Symmetry C8 (150 x 3,9 mm i.d.), 5 µm (Waters Etten-Leur, Part.no. WAT46970)
Voorkolom	: Symmetry C8 Sentry Guard (20 x 3,9 mm i.d.), 5 µm (Waters Etten-Leur, Part.no. WAT054250)
Eluens	: 0,1 M KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (pH = 4) – AcNi (70 – 30)
Detectie	: 215 nm
Flow	: 1,3 ml/min
Injectie	: 20 µl

### Grondstoffen en reagentia

Xylometazolini hydrochloridum (Bufa B.V.)
Oxazepam (Sigma)
Methanol p.a. (VWR International)

### Interne standaard (ISTD)

Oxazepam 1,0 mg/l in methanol



### Standaarden

Weeg 25,0 mg xylometazoline HCl af en los dit op in 10,0 ml aqua demi (= oplossing A).

Standaard 50%	: 50 µl oplossing A + 100 µl ISTD ad 10,0 ml eluens.
Standaard 100%	: 100 µl oplossing A + 100 µl ISTD ad 10,0 ml eluens.
Standaard 200%	: 200 µl oplossing A + 100 µl ISTD ad 10,0 ml eluens.

### Monster

1,0 ml monster oplossing + 100 µl ISTD ad 10,0 ml eluens.

### Chromatogram

In onderstaand chromatogram is een 100% standaard afgebeeld. (Zie pagina hiernaast boven)

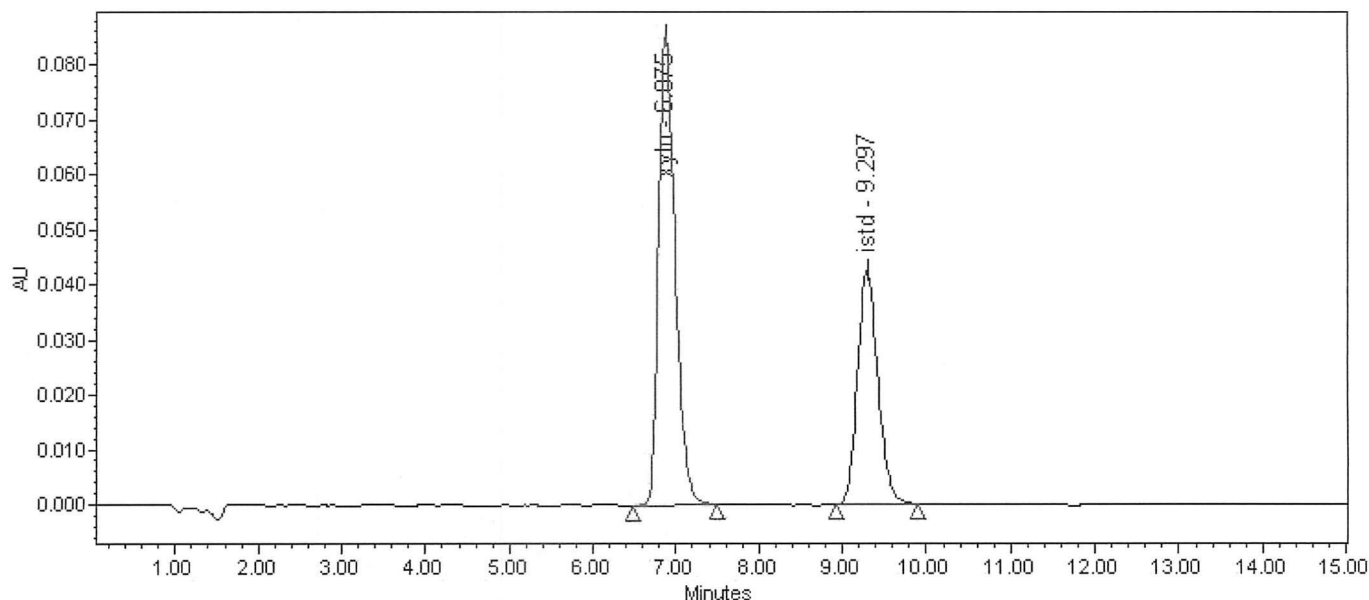
### Validatie

De methode is gevalideerd zoals omschreven in de op dit moment geldende instructie in ons laboratorium. Deze is afgeleid van het standaard werkvoorschrift "validatie analysemethoden" SOP 005 van de KNMP.

#### 1. De calibratiecurve

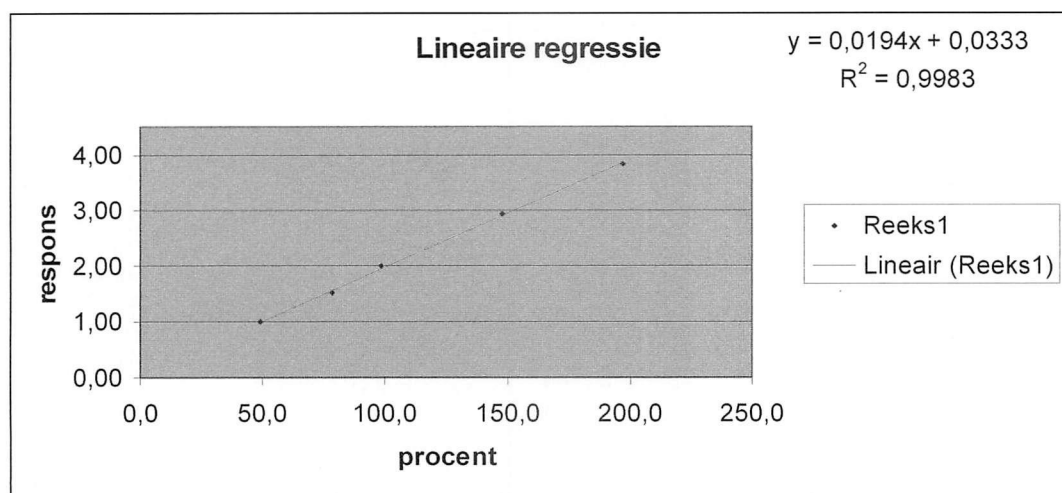
Er werd een calibratielijn gemaakt met concentraties 50,75,100,150 en 200% xylometazoline HCl ten opzichte van het gedeclareerde gehalte. Elke concentratie werd in triplo geanalyseerd.

## Chromatogram



## 2. Herhaalbaarheid

De herhaalbaarheid werd bepaald door de concentratieniveaus 50, 100 en 200% zes maal te analyseren. Als eis geldt dat de relatieve standaarddeviatie (RSD) kleiner moet zijn dan 2%.



Concentratie ( % )	50	100	200
RSD	0.90	0.73	0.78

## 3. Juistheid

In 5 afzonderlijke maatkolven werd 1 ml matrix afgemeten. De matrix bestaat uit dinatriumfosfaat.12 water, natriumchloride, natriumdwaterstoffosfaat. 2 water en solutio benzalkonii 100 mg/l in verhouding volgens bereidingsprotocol. Hieraan werd respectievelijk 50, 75, 100, 150 en 200% xylometazoline HCl toegevoegd en na toevoeging van de interne standaard aangevuld tot 10,0 ml met eluens. De afzonderlijke concentraties werden aansluitend geanalyseerd volgens het te valideren voorschrift. Als eis geldt dat de gemiddelde recovery gelijk moet zijn aan  $100 \pm 3\%$ .

De gemiddelde recovery is 102.7%