

Universidad Nacional Autónoma de México



~~~~~  
FACULTAD DE QUIMICA



## “ COMPENDIO ANALITICO PARA CORTICOSTEROIDES EN FORMAS FARMACEUTICAS ”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

P R E S E N T A :

**ALICIA PEREZ MIRANDA**

MEXICO, D. F.

1979



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

LAB. TESIS 1979  
ABE M.t. ~~276~~ 277  
FECHA \_\_\_\_\_  
PROC. \_\_\_\_\_  
• \_\_\_\_\_



**JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE:**

**PRESIDENTE : JUAN BOSCO BOUE PEÑA.**  
**VOCAL : ETELVINA MEDRANO DE JAIMES.**  
**SECRETARIO : MARIO A. MIRANDA CASTRO.**  
**1er SUPLENTE : MIGUEL ANGEL CEVALLOS LEAL.**  
**2o SUPLENTE : HECTOR J. JARA PARJEAT.**

**SITIO EN DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:**  
**BIBLIOTECA DE LA FACULTAD DE QUIMICA.**

**NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE:**

---

**ALICIA PEREZ MIRANDA**

**NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR :**

---

**Q.F.B. MARIO ALFONSO MIRANDA CASTRO.**

QUIERO AGRADECER PROFUNDAMENTE :

A EL por todo y por todos.

A mi MADRE...

Por su amor, comprensión y confianza.

A mi PADRE...

Con respeto, admiración y cariño.

....Cuando, el roble ya esté viejo y su sombra no te cubra del ardiente sol que te abrasa; corta una fuerte rama y de su madera, arregla un cabo, colocalo en la vieja hacha y con un poco de esfuerzo, derribalo, con sus maderos, procurate un nuevo albergue, en el que recibirás comodidad, admiralo porque él te ha proporcionado horas de felicidad, de alegría, al igual que asomaron la grimas de dolor y tristeza, cuando al trepar por sus ramas, caíste de ellas.

Más, no te aflijas, ni te acongojes, que la vida es la vida, y ésta proviene de la naturaleza, ese roble pertenece a la naturaleza, pero debe caer, y caerá para dar nueva vida a la vida, y esa vida... eres tú.

A Todos mis MAESTROS...

Por sus conocimientos y fé en mí.

A mis HERMANAS Y HERMANOS...

Por su apoyo y entusiasmo.

A tí ....

AHORA Y SIEMPRE.

## INTRODUCCION

LA RAZON PRINCIPAL QUE MOTIVO ESTA TESIS, FUE LA NECESIDAD DE RECOPIRAR, LAS METODOLOGIAS EMPLEADAS, PARA LLEVAR A CABO LOS ANALISIS DE LOS CORTICOSTEROIDES EN FORMAS FARMACEUTICAS.

AL IRSE DOCUMENTANDO EN EL TEMA, SE FUE DESCUBRIENDO QUE SE HAN PUBLICADO MULTIPLES TRABAJOS QUE LE ABORDAN DESDE DIFERENTES PUNTOS DE VISTA.

TOMANDOSE SU AMPLIA INFORMACION BIBLIOGRAFICA, SE REALIZARON ESTUDIOS DE LAS POSIBILIDADES DE NUEVAS FUENTES DE INFORMACION, PARA EL ESTABLECIMIENTO DE LA COMPARACION DE METODOS, LOS CUALES TRATAN EL TEMA, EN FORMA GLOBAL, NO EXISTIENDO UNA GUIA, QUE PUEDA SER DE UTILIDAD PARA LOGRAR: EL ANALISIS DE UN GRUPO EN FORMA ESPECIAL.

POR LO TANTO EL OBJETIVO DE LA PRESENTE TESIS; ES EXPONER ALGUNOS DE ESOS TRABAJOS, VERSADOS SOBRE LOS ANALISIS PARA CORTICOSTEROIDES.

CABE SEÑALAR QUE LAS INVESTIGACIONES SON INCESANTES E INTERMINABLES, DANDO A ENTENDER QUE LOS ESTUDIOS Y METODOS TRANSCRITOS, NO SON LOS UNICOS Y QUE PUEDEN EXISTIR ALGUNOS MAS.

OTRO PUNTO QUE DEBE QUEDAR BIEN CLARO, ES QUE DICHS METODOS HAN SIDO EXAMINADOS, MEDITADOS Y FINALMENTE ENCERRADOS EN UN CORTO VOLUMEN, TENIENDO COMO PRIMICIA, SU ENTENDIMIENTO Y COMPRESION EN BREVISIMO TIEMPO.

YA QUE DAR EL RESULTADO INDIVIDUAL DE CADA METODO, IMPLICARIA LA TAREA DE RECOPIRAR Y SELECCIONAR LOS DATOS, VARIABLES Y GRAFICAS QUE EN ESENCIA USA CADA UNO.

SE TRATARA DE COMPARAR TEORICAMENTE Y CON CLARIDAD, ACORDE AL MODELO DE REFERENCIA Y QUE TAN UTIL Y CONVENIENTE RESULTA UTILIZARLE, ASI COMO LOS METODOS DE MAYOR FRECUENCIA EN LOS ANALISIS.

## GENERALIDADES

LAS GLANDULAS SUPRARRENALES ESTAN CONSTITUIDAS POR DOS PORCIONES U ORGANOS LLAMADOS:

A) LA MEDULA SUPRARRENAL : LA CUAL SECRETA ADRENALINA Y NORADRENALINA.

B) LA CORTEZA SUPRARRENAL: CUYO ESTUDIO SE REALIZA BREVEMENTE

### FISIOLOGIA DE LA CORTEZA SUPRARRENAL

ESTRUCTURALMENTE SE ENCUENTRA FORMADA POR CELULAS POLIEDRICAS, RICAS EN LIPIDOS. EN PRIMER TERMINO EL COLESTEROL, PRECURSOR DE LAS HORMONAS ADRENCORTICALES, DE TODOS LOS ESTEROIDES ( QUE DERIVAN DE EL CICLO PENTANOPERHIDROFENANTRENO, LOS GRUPOS POSEEN 21 CARBONOS Y DERIVAN DE EL-HIDROCARBURO FUNDAMENTAL PREGNANO).

ESTAS CELULAS SE DISPONEN EN TRES ZONAS:

1a) ZONA EXTERNA O GLOMERULAR, LA CUAL SECRETA ESPECIALMENTE LA ALDOSTERONA.

2a) ZONA MEDIA O FASCICULAR SECRETANDO CORISOL, CORTICOSTERONA, Y HORMONAS SEXUALES.

3a) ZONA INTERNA O RETICULAR CON LAS MISMAS SECRECIONES DE LA ZONA MEDIA, CON LA CUAL FORMA UNIDAD.

### FUNCIONES DE LA CORTEZA SUPRARRENAL

ESTA CORTEZA ES ESENCIAL PARA LA VIDA, YA QUE SU EXTIRPACION (ADRENALECTOMIA) COMPLETA, CONDUCE A LA MUERTE EN POCOS DIAS, AL MENOS QUE EXISTA TEJIDO ACCESORIO.

I: REGULACION DEL METABOLISMO DEL AGUA Y DE LOS ELECTROLITOS (Na, Cl, K).

II: REGULACION DE LA EXCRESION RENAL DE LOS ELECTROLITOS.

III: REGULACION DEL METABOLISMO DE LOS CARBOHIDRATOS, PROTEINAS Y GRASAS.

IV: REGULACION DE LA ACTIVIDAD DE LOS ORGANOS HEMATOPEICOS.

V: PRODUCCION DE LAS HORMONAS SEXUALES FEMENINAS Y MASCULINAS.

VI: PODER DE RESISTENCIA DEL ORGANISMO A CONDICIONES AMBIENTALES ADVERSAS.

SIENDO TODAS Y CADA UNA DE ESTAS FUNCIONES REALIZADAS POR LOS CORTICOSTEROIDES.

### FISIOLOGIA DE LA CORTEZA SUPRARRENAL

LOS CORTICOSTEROIDES NO SON PRODUCTOS INOCUOS Y POR ELLO SON CAPACES DE DAR UNA RESPUESTA TE



RAPEUTICA Y CONducir AL ORGANISMO A GRANDES TRANSTORNOS, QUE SE MENCIONARAN COMO EFECTOS TOXICOS.

#### CLASIFICACION DE LOS CORTICOSTEROIDES

LOS GLUCOCORTICOIDES NATURALES: LOS CUALES POSEEN ACCION DOMINANTE COMO REGULADORES DEL MECANISMO ORGANICO, DE PROTEINAS Y LIPIDOS, SU ACCION REGULADORA SOBRE EL METABOLISMO DE LOS ELECTROLITOS, ASI COMO SU ACCION ANTIINFLAMATORIA (POSEEN PARA TAL EFECTO UN OXIGENO, YA SEA SOLO O COMO HIDROXILO EN LA POSICION DEL CARBONO ONCE) POR EJEMPLO; CORTISONA, HIDROCORTISONA, ETC. EL FLUOR EN EL CARBONO NUEVE, AUMENTA LA ACCION MINERALOCORTICOIDE, LO CUAL ES INCONVENIENTE PARA LA ACCION ANTIINFLAMATORIA, COMO USO SISTEMATICO.

GLUCOCORTICOIDES SINTETICOS O MODIFICADOS: A ESTOS SE LES HA LOGRADO INTRODUCIR POR DIFERENTES METODOS; DESHIDROGENACION INTRODUCCION DE UN DOBLE ENLACE ENTRE LOS CARBONOS UNO Y DOS PARA AUMENTAR LA ACCION ANTIINFLAMATORIA.

LA METILACION A NIVEL CARBONO SEIS O AL CARBONO DIECISEIS, AUMENTA CON EFECTO SENSIBLE LA ACCION GLUCOCORTICOIDE. UNA FLUORACION A NIVEL DE LOS CARBONOS SEIS O NUEVE, O UNA DOBLE FLUORACION A LOS MISMOS NIVELES PARA UN AUMENTO MAS POTENTE DE LA ACCION ANTIINFLAMATORIA.

ESTOS COMPUESTOS TIENEN MAYOR ACTIVIDAD EN EL ORGANISMO, YA QUE SUS ACCIONES SON MAS POTENTES Y FRECUENTES. LOS ACETATOS TIENEN GRAN ACCION, PERO EN FORMA ACETONIDA SON DE MAYOR POTENCIA.

MINERALCORTICOIDES: ESTOS EN GENERAL NO POSEEN OXIGENO EN EL CARBONO ONCE, SU ACCION PREVALENTE ES SOBRE EL METABOLISMO INORGANICO, GENERALMENTE SOBRE EL SODIO, LA HORMONA NATURAL DE MAYOR POTENCIA ES LA ALDOSTERONA. LA DESOXCORTICOSTERONA POSEE ACCION GLUCOCORTICOIDE POR EL CARBONO ONCE (TIENE UN OXIGENO), EN SUS FORMAS DE ACETATO Y ENANTATO. SU ACCION SOBRE EL ORGANISMO ES POCA O PRACTICAMENTE INACTIVA.

#### EFECTOS TOXICOS DE LOS CORTICOSTEROIDES.

ESTOS SE PUEDEN DEBER A LAS DOSIS ALTAS Y PROLONGADAS, Y SE HAN CLASIFICADO DE LA MANERA QUE SIGUE:

a) HIPOCORTICISMO O INSUFICIENCIA RENAL LLAMADA TAMBIEN ENFERMEDAD DE ADDISON, ENTRE LOS SINTOMAS SE ENCUENTRAN: ASTENIA, HIPOTENSION ARTERIAL, MELANODERMIA, ETC.

b) HIPERCORTICISMO O HIPERFUNCION SUPRARRENAL; EXISTEN TRES TIPOS DE HORMONAS ADRENALES, Y A CADA UNA CORRESPONDE UN SINDROME POR MEDIO DEL CUAL HA SIDO CLASIFICADA.

i) GLUCOCORTICOIDES, SINDROME DE CUSHING A ESTE CORRESPONDE UN EXCESO DE SECRECION DE CORTISOL  
SINTOMATOLOGIA: OBESIDAD CON DISTRIBUCION DE GRASA, PIEL MUY FINA CON ESTRIACIONES PURPURICAS, HIPERGLUCEMIA, GLUCOSURIA, ETC.

ii) MINERALOCORTICOIDEA: SINDROME ADRENOCORTICAL O VIRILISMO SUPRARRENAL, EL CUAL ES DEBIDO A UN EXCESO DE HORMONAS ADRENERGICAS. SINTOMATOLOGIA EN EL VARON; EN EL PUBER HAY UN DESARROLLO PRECOZ DE LOS CARACTERES SEXUALES SECUNDARIOS. Y EN LA MUJER (PRE Y POST PUBER) EXISTE UN DESARROLLO DE LOS MISMOS CARACTERES, DANDO POR RESULTADO UNA MASCULINIZACION.

iii) CORTICOIDES ADROGENICOS O CORTICOIDES EN POSICION 17: ALDOSTERONISMO, ESTE ES DEBIDO AL EXCESO DE ALDOSTERONA, TENIENDO COMO SINTOMAS LA INSUFICIENCIA CARDIO-CONGESTIVA AVANZADA, CIRROSIS.

TRATAMIENTO DE LOS EFECTOS TOXICOS: LAS MANIFESTACIONES O EXCESOS, CEDEN AL INTERRUMPIR EN FORMA SISTEMATICA LA ADMINISTRACION DE LAS DOSIS (EN FORMA LENTA Y MINIMIZANDOLAS). ALGUNAS TIENEN UN TRATAMIENTO ESPECIAL Y OTRAS EN CAMBIO NO NECESITAN LA SUPRESION. TODO PACIENTE QUE RECIBE DOSIS ELEVADAS Y PROLONGADAS, DEBERA SER VIGILADO, EN CUANTO AL EMPLEO DE ANTIBIOTICOS, PARA EVITAR EL DESARROLLO DE INFECCIONES, SIENDO USADOS ESTOS ULTIMOS EN FORMA ESTRICTA. PARA EVITAR SINDROMES DE SUPRESION ADMINISTRESE LENTAMENTE Y POR CICLOS.

PRECAUCIONES: LA ADMINISTRACION DE LOS CORTICOSTEROIDES ES CONTRAINDICADA EN CASOS COMO; TUBERCULOSIS ACTIVA (AL MENOS QUE SE USEN DROGAS QUIMIOTERAPICAS), EN INSUFICIENCIA CARDIO-CONGESTIVA GRAVE, HIPERTENSION ARTERIAL GRAVE, ULCERA GASTRODUODENAL, TROMBOEMBOLISMO, QUERATITIS HERPE. PSICOSIS O ANTECEDENTES DE LA MISMA. LOS ANTICOAGULANTES PUEDEN REDUCIR EL EFECTO DE LOS CORTICOSTEROIDES, YA QUE RESPONDEN A LA ACCION DE ESTOS.

FORMAS DE APLICACION: EN LOS OJOS DEBERA SER LIMITADA EN EXTREMO YA QUE EXISTEN RIESGOS. DEBERA SER APLICACION TOPICA SOBRE LA CONJUNTIVA (UNGUENTOS O GOTAS) DEBIENDOSE CHECAR LAS PRESIONES INTRAOCULARES EN SU ADMINISTRACION, EN CREMAS Y LOCIONES SOBRE LA ZONA CUTANEA CUIDAR DE ECZEMAS DERMATITIS DE CUALQUIER TIPO, ALGUNAS LESIONES CRONICAS DE LA PIEL, CURAN POR INYECCIONES.

LA ADMON. DE INY. POR VIAS INTRAVENOSAS, INTRAMUSCULAR, INTRAARTICULAR, INTRAFILTRADA.

METODO DE OBTENCION DE LOS EXTRACTOS CORTICALES ( METODO DE GROLLMAN Y FIROR )

UN GRAMO DE CORTEZA DE LAS CAPSULAS SUPRARRENALES DE UN BUEY, ES EXTRAIDO Y DIVIDIDO EN PEQUEÑOS FRAGMENTOS, SEPARADO DE LAS GRASAS Y TEJIDO CONJUNTIVO. SE MEZCLAN EN 3 ml DE ACETONA, ADICIONANDO ANHIDRIDO CARBONICO SOLIDO HASTA QUE EL ENFRIAMIENTO OBTENIDO ALCANCE EL PUNTO DE CONGELACION DE LA ACETONA. SE DEJA REPOSAR 8 HRS. EN CAMARA FRIGORIFICA, SE PRENSA Y FILTRA, EL FILTRADO SE CUBRE CON ACETONA Y SE COLOCA EN REFRIGERACION OTRAS 8 HRS. SE CALIENTA EN BAÑO DE AGUA (6°) POR 20 min. SE PRENSA Y FILTRA, SE REUNEN LOS DOS LIQUIDOS FILTRADOS Y SE EVAPORAN A VACIO PARA OBTENER LA CANTIDAD DE 1.3 ml A LA TEMP. AMB. FILTRE A TRAVES DE TELA Y EXTRAIGA EL LIQUIDO FILTRADO CON 7 PORCIONES SUCCESIVAS DE BENCENO DE 180 ml CADA UNA, MEZCLE LOS LIQUIDOS BENCENICOS Y AGITE 2 VECES CON 55 ml DE DISOLN. SAT. Y FRIA DE BICARBONATO SODICO, NEUTRALIZANDO EL EXCESO DE ALCALI CON 10 ml DE HCl N EN SOLN. DILUIDA, DESTILE AL VACIO LA SOLN. BENCENICA A UNA TEMP. DE 35 - 40° (GOTA A GOTA) DURANTE LA DESTILACION SE DEJARA CAER 100 ml DE NaCl 0.9 %, EL LIQUIDO RESIDUAL SE ENFRIA Y FILTRA A TRAVES DE FILTRO ESTERILIZADO.

PURIFICACION DEL EXTRACTO: DISUELVA 25 g DE LA SUSTANCIA ACTIVA EN 150 ml DE ETER ANHIDRO, PREVIAMENTE MEZCLADO CON 100 ml DE HCl 0.2 N, AGITE Y SEPARA LA DISOLN. ACIDA POR MEDIO DE UN EMBUDO DE SEPARACION. TRATE EL LIQUIDO ETereo CON 7 PORCIONES DE HCl 0.2 N, REUNA LOS LIQUIDOS ACIDOS Y NEUTRALIZE CON KOH, EVAPORANDO HASTA OBTENER 100 ml, TRATE AHORA CON 10 PORCIONES DE 200 ml DE BENCENO MEZCLE LOS LIQUIDOS BENCENICOS Y EVAPORE HASTA 10 ml, AGITE EL RESIDUO CON 8 PORCIONES DE 50 ml DE UNA DISOLN. DE BICARBONATO DE SODIO 2 %. REUNA LOS LIQUIDOS BICARBONATADOS Y NEUTRALIZE CON HCl EVAPORE HASTA 100 ml, ADICIONE 2 g DE BICARBONATO DE SODIO Y EXTRAIGA CON 10 PORCIONES DE 200 ml DE BENCENO, MEZCLE LAS DISOLN. BENCENICAS Y EVAPORE HASTA SEQUEDAD.

LOS EXTRACTOS SE DISUELVEN FACILMENTE EN AGUA, ALCOHOL, ACETONA, BENCENO Y SON INSOLUBLES EN ETER DE PETROLEO. LAS DISOLN. ACUOSAS NEUTRAS, PRECIPITAN POR ADICION DE NaCl Y LAS SUSTANCIAS ACTIVAS NO SON ABSORBIDAS POR TALCO O CAOLIN. CUANTO MAS PUROS SON LOS EXTRACTOS, CUANTO MAS SENSIBLES SON A LA ACCION DE LA TEMP. (SE DESTRUYEN A 85°) EN DISOLN. ACUOSA.

DESECADOS AL VACIO Y PULVERIZADOS SE CONSERVAN, ASI COMO EN ESTADO DE DISOLN. EN PRESENCIA DE 1 % DE AC. BENZOICO O EN ALCOHOL AL 80 u 85 %.

HASTA EL PRESENTE SU VALORACION ES POR METODOS BIOLOGICOS, BASANDOSE EN LA SUPERVIVENCIA DE LOS ANIMALES DESCAPSULADOS.

TIENEN COMO PRINCIPAL OBJETIVO, PROPORCIONAR LOS DATOS NECESARIOS Y SUFICIENTES PARA CARACTERIZAR A CADA SUSTANCIA MENCIONADA EN ESTE TRABAJO, LO CUAL SE HA HECHO EN FORMA BREVE Y PRACTICA. DISPONIENDOSE EN EL SIGUIENTE ORDEN:

- 1.- DESCRIPCION: "POLVO CRISTALINO BLANCO O CREMA, INODORO". SE TOMO GENERALIZANDO LA MISMA.
- 2.- CATEGORIA : PARA ESTA SE HAN NUMERADO LOS CORTICOSTEROIDES, PARA FACILIDAD DE MANEJO, SEA
  - 1er GRUPO GLUCOCORTICOIDES (DEL NUMERO 1 AL 85 )
  - 2o GRUPO MINERALOCORTICOIDES (DEL NUMERO 86 AL 90)
- 3.- CONSERVACION: SIENDO TAMBIEN UNA CARACTERISTICA GENERAL "EN RECIPIENTES CERRADOS Y PROTEGIDOS DE LA LUZ, EN TEMPERATURAS MENORES A LA AMBIENTE".
- 4.- USOS: ANTIINFLAMATORIO, ANTIALERGICO, ANTIREUMATICO.
- 5.- NUMERO DEL NOMBRE QUIMICO.
- 6.- FORMULA CONDENSADA.
- 7.- PESO MOLECULAR.
- 8.- TEMPERATURA DE FUSION.
- 9.- ROTACION OPTICA.
- 10.- FORMULA DESARROLLADA.
- 11.- SOLUBILIDAD.
- 12.- PORCENTAJE DE CONTENIDO (NO MENOS Y NO MAS DE LO PRESCRITO DE LA SUSTANCIA).
- 13.- IDENTIFICACION (ESPECTROFOTOMETRIA: INFRARROJO Y ULTRAVIOLETA, POR CROMATOGRAFIA, Y REACCION DE COLOR).
- 14.- ENSAYOS DE PUREZA (PERDIDA SOBRE SECADO, RESIDUO DE IGNICION, CENIZAS SULFATADAS, CONTENIDO DE AGUA, FLUOR, SELENIO, METALES PESADOS, ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS).
- 15.- ENSAYOS DE VALORACION.
- 16.- FORMAS FARMACEUTICAS.

| No | NOMBRE QUIMICO                  | FORMULA COND.           | PESO MOL. | TEMP. DE FUSION ° | ROTACION OPTICA °  |
|----|---------------------------------|-------------------------|-----------|-------------------|--------------------|
| 1  | BECLOROMETASONA                 | $C_{22}H_{29}ClO_5$     | 408.93    |                   |                    |
| 2  | BECLOROMETASONA DIPROPIONATO DE | $C_{28}H_{37}ClO_7$     | 521       | 212               | Diox.: +88 , + 94  |
| 3  | BETAMETASONA                    | $C_{22}H_{29}F O_5$     | 392.5     | 231 - 234(des.)   | Diox.: +112, +120  |
| 4  | BETAMETASONA ACETATO DE         | $C_{24}H_{31}F O_6$     | 434.5     | 205 - 208         | Clorf.: + 140      |
| 5  | BETAMETASONA BENZOATO DE        | $C_{29}H_{33}F O_6$     | 495.6     | 240 (desc.)       | Acet.: + 180       |
| 6  | BETAMETASONA DIPROPIONATO DE    | $C_{28}H_{37}F O_7$     | 504.6     | 212               | Diox.: +88, +94    |
| 7  | " FOSFATO SODICO DE             | $C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$ | 515.4     |                   | Agua.: +99, +105   |
| 8  | BETAMETASONA VALERATO DE        | $C_{27}H_{37}F O_6$     | 475.58    | 190 (desc.)       | Diox.: +75, +81    |
| 9  | CLOROBETASOL                    | $C_{22}H_{28}ClFO_4$    | 410.91    |                   |                    |
| 10 | CLOROBETASOL PROPIONATO DE      | $C_{25}H_{32}ClFO_5$    | 457       | 195               |                    |
| 11 | CLOROBETASONA                   | $C_{22}H_{26}ClFO_4$    | 409       |                   |                    |
| 12 | CLOROBETASONA BUTIRATO DE       | $C_{26}H_{32}ClFO_5$    | 479       |                   |                    |
| 13 | CORTISONA                       | $C_{21}H_{28}O_4$       | 344       | 217 - 224(desc.)  |                    |
| 14 | CORTISONA ACETATO DE            | $C_{23}H_{30}O_6$       | 402.5     | 240               | Diox.: +208, +217  |
| 15 | DESONIDA                        | $C_{24}H_{32}O_6$       | 416.5     | 274(MeOH)         | DMF : +123         |
| 16 | DESCINOLONA                     | $C_{21}H_{27}FO_5$      | 378.45    | 275               | +53.3(c=0.41 MeOH) |
| 17 | DESCINOLONA ACETONIDA DE        | $C_{24}H_{31}FO_5$      | 418       | 294 - 296         | +102 en Clorf.     |
| 18 | DESOXIMETASONA                  | $C_{22}H_{29}FO_4$      | 375.47    | 217               | Clorf.: +109       |

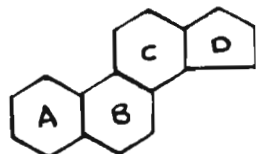
| No | N O M B R E Q U I M I C O     | FORMULA COND.           | PESO MOL. | TEMP. DE FUSION <sup>o</sup> | ROTACION OPTICA <sup>o</sup> |
|----|-------------------------------|-------------------------|-----------|------------------------------|------------------------------|
| 19 | DEXAMETASONA                  | $C_{22}H_{29}FO_5$      | 392.5     | 250 - 253(desc.)             | Diox.: +72, + 80             |
| 20 | DEXAMETASONA ACETATO DE       | $C_{24}H_{31}FO_6$      | 434.5     | 225 (desc.)                  | Clorf.: + 73                 |
| 21 | DEXAMETASONA BUTILACETATO DE  | $C_{28}H_{39}FO_6$      | 490.6     |                              |                              |
| 22 | DEXAMETASONA FOSFATO DISODICO | $C_{21}H_{28}FNa_2O_8P$ | 516.4     |                              | Agua/Alc.: +74, +82          |
| 23 | DEXAMETASONA ISONICOTINATO    | $C_{28}H_{32}FNO_6$     | 497.6     |                              |                              |
| 24 | m-SULFOBENZOATO DE SODIO      | $C_{29}H_{32}FNaSO_9$   | 598.6     |                              |                              |
| 25 | FLUCORONIDA                   | $C_{24}H_{32}ClFO_5$    | 487.4     |                              |                              |
| 26 | FLUBROCORTISONA               | $C_{21}H_{29}FO_5$      | 380.5     | 260 - 262                    | EtOH <sub>95%</sub> : +139   |
| 27 | FLUDROCORTISONA ACETATO DE    | $C_{23}H_{31}FO_6$      | 422       | 233 - 234                    | Clorf.; + 123(c=0.6)         |
| 28 | " TERBUTIL-ACETATO DE         | $C_{27}H_{39}FO_6$      | 478       | 225 - 227                    |                              |
| 29 | FLUMETASONA                   | $C_{22}H_{28}F_2O_5$    | 410.45    | 256 - 266(desc.)             | Diox.: +66, +76              |
| 30 | FLUMETASONA ACETATO DE        | $C_{24}H_{30}F_2O_6$    | 452       | 260 - 264                    | : + 91                       |
| 31 | FLUMETASONA PIVALATO DE       | $C_{27}H_{36}F_2O_6$    | 494       |                              |                              |
| 32 | FLUOCINOLON ACETONIDA DE      | $C_{24}H_{30}F_2O_6$    | 452.5     | 270 - 276(desc)              | Diox.: + 92, + 96            |
| 33 | FLUOCINONIDA                  | $C_{26}H_{32}F_2O_7$    | 494.5     | 300 (desc.)                  | Clorf.: + 83                 |
| 34 | FLUCORTOLONA                  | $C_{22}H_{29}FO_4$      | 375.5     | 188 - 190.5                  | Diox.: + 100                 |
| 35 | FLUCORTOLONA ACETATO DE       | $C_{24}H_{31}FO_5$      | 418       | 237 - 239                    |                              |
| 36 | FLUCORTOLONA HEXANOATO DE     | $C_{28}H_{39}FO_5$      | 474.6     | 242 - 245                    | Diox.: +97, +103             |

| No | N O M B R E Q U I M I C O    | FORMULA COND.          | PESO MOL. | TEMP.DE FUSION° | ROTACION OPTICA°      |
|----|------------------------------|------------------------|-----------|-----------------|-----------------------|
| 37 | FLUOCORTOLONA PIVALATO DE    | $C_{27}H_{37}FO_5$     | 460.6     | 187             | Diox.: +100, +105     |
| 38 | FLUOROMETALONA               | $C_{22}H_{29}FO_4$     | 376.5     | 292 - 303       |                       |
| 39 | FLUPEROLONA ACETATO DE       | $C_{24}H_{31}FO_6$     | 434.5     | 251 - 255       | Diox.: + 87           |
| 40 | FLUPREDNIDENO ACETATO DE     | $C_{24}H_{29}FO_6$     | 432.5     | 231 - 234       | Clorf.: + 43          |
| 41 | FLUPREDNISOLONA              | $C_{21}H_{27}FO_5$     | 378.4     | 208 - 213       | Diox.: + 92           |
| 42 | FLUPREDNISOLONA ACETATO DE   | $C_{23}H_{29}FO_6$     | 420       | 235 - 238       |                       |
| 43 | FLURANDRENOLIDA              | $C_{24}H_{33}FO_6$     | 436.52    | 247 - 255       | Clorf.: +140, +150    |
| 44 | FORMOCORTAL                  | $C_{29}H_{38}ClFO_8$   | 569.07    | 180 e 182       | Clorf.: + 26          |
| 45 | HALCINONIDA                  | $C_{24}H_{32}ClFO_5$   | 455       | 265 (desc.)     | Clorf.: + 155         |
| 46 | HIDROCORTAMATO               | $C_{27}H_{41}NO_6$     | 476.61    | 162 - 163       |                       |
| 47 | HIDROCORTAMATO HIDROCLORADO  | $C_{27}H_{42}ClNO_5$   | 511.5     | 22              |                       |
| 48 | HIDROCORTISONA               | $C_{21}H_{30}O_5$      | 362.5     | 214(desc.)      | Diox.: +150, +156     |
| 49 | HIDROCORTISONA ACETATO DE    | $C_{23}H_{32}O_6$      | 404.51    | 220 - 223(desc) | Diox.: +166           |
| 50 | HIDROCORTISONA BUTIRATO DE   | $C_{25}H_{36}O_6$      | 432.6     |                 |                       |
| 51 | HIDROCORTISONA CIFICONATO DE | $C_{29}H_{42}O_6$      | 486.6     |                 | Clorf.: +142, +152    |
| 52 | " FOSFATO SODICO DE          | $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$ | 486.4     |                 | Agua.: + 120          |
| 53 | " HIDROGEN SUCCINATO         | $C_{25}H_{34}O_8$      | 462.5     |                 | Alc.Hidr.: +147, +153 |
| 54 | " SUCCINATO SODICO DE        | $C_{25}H_{34}NaO_8$    | 484.5     | 169 - 171       | Alc.: +136, +144      |

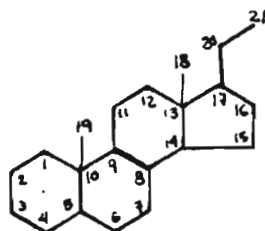
| No | N O M B R E Q U I M I C O    | FORMULA COND.          | PESO MOL. | TEMP.DE FUSION°  | ROTACION OPTICA°  |
|----|------------------------------|------------------------|-----------|------------------|-------------------|
| 55 | HIDROCORTISONA TEBUTATO DE   | $C_{27}H_{40}O_6$      | 460.62    | 168 - 170        | Clorf. :+ 152     |
| 56 | MEDRISONA                    | $C_{22}H_{32}O_3$      | 344.5     | 158.9 (DESC.)    | Clorf. :+ 189     |
| 57 | MEPREDNISONA                 | $C_{22}H_{28}O_5$      | 372.5     | 200 - 205(desc.) | Diox. :+ 200      |
| 58 | MEPREDNISONA ACETATO DE      | $C_{24}H_{30}O_6$      | 414       | 232 - 235(desc.) | Diox. :+ 210      |
| 59 | METILPREDNISOLONA            | $C_{22}H_{30}O_5$      | 374.5     | 240 - 243(desc.) | Diox. :+ 79,+86   |
| 60 | METILPREDNISOLONA ACETATO DE | $C_{24}H_{32}O_6$      | 416.5     | 205 - 208(desc.) | Diox. :+97,+105   |
| 61 | " DIETILAMINOACETATO DE      | $C_{28}H_{41}NO_6$     | 487       | 195 - 196        | Diox. :+ 32       |
| 62 | METILPREDNISOLONA HIDROCLORO | $C_{28}H_{40}ClNO_6$   | 521.5     | 245 - 246        | Agua :+ 45        |
| 63 | " SUCCINATO SODICO DE        | $C_{26}H_{33}NaO_8$    | 496.5     |                  | Alc. :+96,+104    |
| 64 | PARAMETASONA ACETATO DE      | $C_{24}H_{31}FO_6$     | 434.5     | 238 - 241(desc.) | Clorf. :+57,+77   |
| 65 | PREDNISOLONA                 | $C_{21}H_{28}O_5$      | 360.4     | 230 (desc.)      | Diox. :+ 102      |
| 66 | PREDNISOLONA ACETATO DE      | $C_{23}H_{30}O_6$      | 402.5     | 235 (desc.)      | Diox. :+112,+119  |
| 67 | PREDNISOLONA BUTILACETATO DE | $C_{27}H_{38}O_6$      | 458.6     | 266 - 273        | Clorf. :+100,+105 |
| 68 | " DIETILAMINOACETATO DE      | $C_{27}H_{39}NO_6$     | 473.6     | 175 - 177        |                   |
| 69 | " ESTEAROGLICOLATO DE        | $C_{41}H_{64}O_8$      | 685       | 105 - 107        | Agua :+57,+63     |
| 70 | " FOSFATO DISODICO DE        | $C_{21}H_{27}Na_2O_8P$ | 484.4     |                  | Agua :+102.5      |
| 71 | PREDNISOLONA HEXANOATO DE    | $C_{27}H_{38}O_6$      | 458.6     |                  |                   |
| 72 | PREDNISOLONA HIDROCLORO DE   | $C_{28}H_{40}ClNO_6$   | 509.5     | 237 - 240        | Agua :+120.7      |



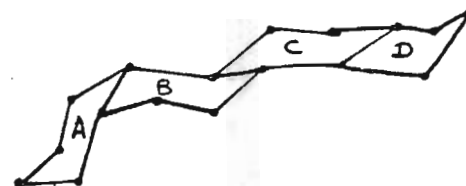
| No                                    | NOMBRE QUIMICO                | FORMULA COND.           | PESO MOL. | TEMP. DE FUSION ° | ROTACION OPTICA ° |
|---------------------------------------|-------------------------------|-------------------------|-----------|-------------------|-------------------|
| 73                                    | PREDNIS. msULBOBENZOATOSODICO | $C_{28}H_{31}NaO_9S$    | 566.6     | 293 - 295         | Agua : + 170      |
| 74                                    | PREDNISOLONA PIVALATO DE      | $C_{26}H_{35}O_6$       | 444.6     | 233 - 235         | Clorf.: +97.5     |
| 75                                    | PREDNISOLONA SUCCINATO DE     | $C_{32}H_{25}O_8$       | 460.5     | 205(desc.)        |                   |
| 76                                    | PREDNISONA                    | $C_{21}H_{26}O_5$       | 358.4     | 230 - 235(desc)   | Diox.: +167, +175 |
| 77                                    | PREDNISONA ACETATO DE         | $C_{23}H_{28}O_6$       | 400.5     | 240 (desc.)       | Diox.: +185       |
| 78                                    | PREDNIVAL                     | $C_{26}H_{35}O_6$       | 444.5     | 210 - 213         | Diox.: + 3.5      |
| 79                                    | PREDNILIDENO                  | $C_{22}H_{28}O_5$       | 372.5     | 233 - 235         | Diox.: + 31       |
| 80                                    | " DIETILAMINOACETATO          | $C_{28}H_{39}NO_6$      | 485       |                   |                   |
| 81                                    | TRIAMCINOLONA                 | $C_{21}H_{27}FO_6$      | 394.4     | 260 - 271         | DMF.: +65, +71    |
| 82                                    | TRIAMCINOLONA ACETONIDA DE    | $C_{24}H_{31}FO_6$      | 434.5     | 292 - 294         | Clorf.: +109      |
| 83                                    | TRIAMCINOLONA DIACETATO DE    | $C_{25}H_{31}FO_8$      | 478.5     | 186 - 188         | Clorf.: + 22      |
| 84                                    | " FOSFATO DISODICO DE         | $C_{24}H_{30}FNa_2O_9P$ | 556.02    |                   |                   |
| 85                                    | TRIAMCINOLONA HEXACETONIDA DE | $C_{30}H_{41}FO_7$      | 532.6     | 295 - 296         |                   |
| M I N E R A L O C O R T I C O I D E S |                               |                         |           |                   |                   |
| 86                                    | ALDOSTERONA                   | $C_{21}H_{28}O_5$       | 360.4     |                   |                   |
| 87                                    | DEOXCORTICOSTERONA            | $C_{21}H_{30}O_3$       | 330.45    |                   |                   |
| 88                                    | DEOXCORTICOSTERONA ACETATO DE | $C_{23}H_{32}O_4$       | 372.5     | 157 - 161         | Diox.: +168, +176 |
| 89                                    | DEOXCORTICOSTERONA ENANTATO   | $C_{28}H_{42}O_4$       | 442       |                   |                   |
| 90                                    | DEOXCORTICOSTERONA PIVALATO   | $C_{26}H_{38}O_4$       | 414.6     | 198 - 204         | Diox.: +153, +161 |



CICLOPENTANOPER-  
HIDROFENANTRENO



PREGNANO




CONFORMACION  
EN SILLA.

| No | C 1 - 2      | C 3 | C 4 - 5      | C 6 | C 9   | C 11  | C 16               | C 17                                                  | C 20 | C 21                                |
|----|--------------|-----|--------------|-----|-------|-------|--------------------|-------------------------------------------------------|------|-------------------------------------|
| 1  | DOBLE ENLACE | = 0 | DOBLE ENLACE |     | -- Cl | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- OH                               |
| 2  | "            | = 0 | "            |     | -- Cl | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | = 0  | -- OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| 3  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- OH                               |
| 4  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- OCOCH <sub>3</sub>               |
| 5  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- OCOC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> |
| 6  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | = 0  | -- OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| 7  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- OPO (ONa) <sub>2</sub>           |
| 8  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> | = 0  | -- OH                               |
| 9  | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- Cl                               |
| 10 | "            | = 0 | "            |     | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub> | -- OCOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | = 0  | -- Cl                               |
| 11 | "            | = 0 | "            |     | -- F  | = 0   | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                                 | = 0  | -- Cl                               |
| 12 | "            | = 0 | "            |     | -- F  | = 0   | -- CH <sub>3</sub> | -- OCOC <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                   | = 0  | -- Cl                               |

| No | C 1 - 2      | C 3 | C 4 - 5      | C 6  | C 9   | C 11  | C 16                                                                                                                                         | C 17  | C 20 | C 21                                                                |
|----|--------------|-----|--------------|------|-------|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|------|---------------------------------------------------------------------|
| 13 | DOBLE ENLACE | = 0 | DOBLE ENLACE |      |       | = 0   |                                                                                                                                              | -- OH | = 0  | -- OH                                                               |
| 14 | "            | = 0 | "            |      |       | = 0   |                                                                                                                                              | -- OH | = 0  | -- COCOCH <sub>3</sub>                                              |
| 15 | "            | = 0 | "            |      |       | -- OH | $\begin{array}{c} \text{-- O} \\ \text{H}_3\text{C} \end{array} > \text{C} < \begin{array}{c} \text{O} \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{--}$ |       | = 0  | -- OH                                                               |
| 16 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- OH                                                                                                                                        | -- OH | = 0  |                                                                     |
| 17 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | $\begin{array}{c} \text{-- O} \\ \text{H}_3\text{C} \end{array} > \text{C} < \begin{array}{c} \text{O} \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{--}$ |       | = 0  |                                                                     |
| 18 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           |       | = 0  | -- OH                                                               |
| 19 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- OH                                                               |
| 20 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- COCOCH <sub>3</sub>                                              |
| 21 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| 22 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- OPO (ONa) <sub>2</sub>                                           |
| 23 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- OCO-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -N                             |
| 24 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | --OOC-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -SO <sub>3</sub> Na             |
| 25 | "            | = 0 | "            | -- F | -- Cl | -- Cl | $\begin{array}{c} \text{-- O} \\ \text{H}_3\text{C} \end{array} > \text{C} < \begin{array}{c} \text{O} \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{--}$ |       | = 0  | -- OH                                                               |
| 26 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH |                                                                                                                                              | -- OH | = 0  | -- OH                                                               |
| 27 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH |                                                                                                                                              | -- OH | = 0  | -- COCOCH <sub>3</sub>                                              |
| 28 | "            | = 0 | "            |      | -- F  | -- OH |                                                                                                                                              | -- OH | = 0  | -- COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                               |
| 29 | DOBLE ENLACE | = 0 | "            | -- F | -- F  | -- OH | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                           | -- OH | = 0  | -- OH                                                               |

| No | C <sub>1</sub> - 2                         | C <sub>3</sub> | C <sub>4</sub> - 5 | C <sub>6</sub>    | C <sub>9</sub> | C <sub>11</sub> | C <sub>15</sub>                                                                                                                      | C <sub>17</sub> | C <sub>20</sub> | C <sub>21</sub>                                       |
|----|--------------------------------------------|----------------|--------------------|-------------------|----------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------|-------------------------------------------------------|
| 30 | DOBLE ENLACE                               | = O            | DOBLE ENLACE       | -- F              | -- F           | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   | -- OH           | = O             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 31 | "                                          | = O            | "                  | -- F              | -- F           | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   | -- OH           | = O             | -- OCOC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                |
| 32 | "                                          | = O            | "                  | -- F              | -- F           | -- OH           | $\begin{array}{c} \text{--- O ---} \\ \text{H}_3\text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{O ---} \\ \text{--- CH}_3 \end{array}$ |                 | = O             | -- OH                                                 |
| 33 | "                                          | = O            | "                  | -- F              | -- F           | -- OH           | $\begin{array}{c} \text{--- O ---} \\ \text{H}_3\text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{O ---} \\ \text{--- CH}_3 \end{array}$ |                 | = O             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 34 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   |                 | = O             | -- OH                                                 |
| 35 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   |                 | = O             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 36 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   |                 | = O             | -- OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>3</sub> |
| 37 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           | -- CH <sub>3</sub>                                                                                                                   |                 | = O             | -- OCOC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                |
| 38 | "                                          | = O            | "                  | --CH <sub>3</sub> | - F            | -- OH           |                                                                                                                                      | -- OH           | = O             |                                                       |
| 39 | "                                          | = O            | "                  |                   | -- F           | -- OH           |                                                                                                                                      | -- OH           | = O             | -- CH <sub>3</sub> Y -- OCOCH <sub>3</sub>            |
| 40 | "                                          | = O            | "                  |                   | -- F           | -- OH           | =CH <sub>2</sub>                                                                                                                     | -- OH           | = O             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 41 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           |                                                                                                                                      | -- OH           | = O             | -- OH                                                 |
| 42 | "                                          | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           |                                                                                                                                      | -- OH           | = O             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 43 |                                            | = O            | "                  | -- F              |                | -- OH           | $\begin{array}{c} \text{--- O ---} \\ \text{H}_3\text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{O ---} \\ \text{--- CH}_3 \end{array}$ |                 | = O             | -- OH                                                 |
| 44 | $\text{OCH}_2)_2\text{Cl}$<br>doble enlace |                | doble enlace       | -- CHO            | - F            | -- OH           | $\begin{array}{c} \text{--- O ---} \\ \text{H}_3\text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{O ---} \\ \text{--- CH}_3 \end{array}$ |                 | = O             | -- Cl                                                 |

| Nº | C 1-2           | C 3 | C 4 - 5         | C 6              | C 9  | C 11  | C 16                                                                                                                                               | C 17                         | C 20 | C 21                                                       |
|----|-----------------|-----|-----------------|------------------|------|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|------|------------------------------------------------------------|
| 45 |                 | = 0 | DOBLE<br>ENLACE |                  | -- F | -- OH | $\begin{array}{c} \text{-- O} \\ \text{H}_3\text{C} \text{--} \end{array} \text{C} \begin{array}{c} \text{O} \text{--} \\ \text{CH}_3 \end{array}$ |                              | = 0  | -- Cl                                                      |
| 46 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$        |
| 47 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_2\text{NHCl}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$     |
| 48 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- OH                                                      |
| 49 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_3$                                        |
| 50 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- $\text{OCOC}_3\text{H}_7$ | = 0  | -- OH                                                      |
| 51 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_2\text{CH}_2 - \square$                   |
| 52 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OPO}(\text{ONa})_2$                              |
| 53 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCO}(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$                  |
| 54 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCO}(\text{CH}_2)_2\text{COONa}$                 |
| 55 |                 | = 0 | "               |                  |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCO C}(\text{CH}_3)_2$<br>$\text{C}_2\text{H}_5$ |
| 56 |                 | = 0 | "               | -- $\text{CH}_3$ |      | -- OH |                                                                                                                                                    |                              | = 0  |                                                            |
| 57 | DOBLE<br>ENLACE | = 0 | "               |                  |      | = 0   | -- $\text{CH}_3$                                                                                                                                   | -- OH                        | = 0  | -- OH                                                      |
| 58 | "               | = 0 | "               |                  |      | = 0   | -- $\text{CH}_3$                                                                                                                                   | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_3$                                        |
| 59 | "               | = 0 | "               | -- $\text{CH}_3$ |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- OH                                                      |
| 60 | "               | = 0 | "               | -- $\text{CH}_3$ |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_3$                                        |
| 61 | "               | = 0 | "               | -- $\text{CH}_3$ |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$        |
| 62 | "               | = 0 | "               | -- $\text{CH}_3$ |      | -- OH |                                                                                                                                                    | -- OH                        | = 0  | -- $\text{OCOCH}_2\text{NHCl}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$     |

| No | C <sub>1-2</sub> | C <sub>3</sub> | C <sub>4-5</sub> | C <sub>6</sub>     | C <sub>9</sub> | C <sub>14</sub> | C <sub>16</sub>    | C <sub>17</sub>                                    | C <sub>20</sub> | C <sub>21</sub>                                                                                             |
|----|------------------|----------------|------------------|--------------------|----------------|-----------------|--------------------|----------------------------------------------------|-----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 63 | DOBLE ENLACE     | = 0            | DOBLE ENLACE     | -- CH <sub>3</sub> |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COONa                                                                   |
| 64 | "                | = 0            | "                | -- F               |                | -- OH           | -- CH <sub>3</sub> | -- OH                                              | = 0             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                                                                       |
| 65 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OH                                                                                                       |
| 66 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                                                                       |
| 67 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -OCO C (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                       |
| 68 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -OCOCH <sub>2</sub> N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>                                          |
| 69 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -OCOCH <sub>2</sub> OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> CH <sub>3</sub>                                     |
| 70 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OPO (ONa) <sub>2</sub>                                                                                   |
| 71 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>                                                       |
| 72 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | OCOCH <sub>2</sub> NHCl(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>                                        |
| 73 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- O  SO <sub>3</sub> Na |
| 74 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OCOC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                                                                      |
| 75 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COOH                                                                  |
| 76 | "                | = 0            | "                |                    |                | = 0             |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OH                                                                                                       |
| 77 | "                | = 0            | "                |                    |                | = 0             |                    | -- OH                                              | = 0             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                                                                       |
| 78 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           |                    | OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> | = 0             | -- OH                                                                                                       |
| 79 | "                | = 0            | "                |                    |                | -- OH           | = CH <sub>2</sub>  | -- OH                                              | = 0             | -- OH                                                                                                       |

| No | C <sub>1-2</sub> | C <sub>3</sub> | C <sub>4-5</sub> | C <sub>6</sub> | C <sub>9</sub> | C <sub>11</sub> | C <sub>16</sub>                                                                                                   | C <sub>17</sub> | C <sub>20</sub> | C <sub>21</sub>                                        |
|----|------------------|----------------|------------------|----------------|----------------|-----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------|--------------------------------------------------------|
| 81 | DOBLE ENLACE     | = 0            | DOBLE ENLACE     |                | -- F           | -- OH           | -- OH                                                                                                             | ---OH           | = 0             | -- OH                                                  |
| 82 | "                | = 0            | "                |                | -- F           | -- OH           | $\begin{matrix} \text{O} & \text{O} \\ \diagdown & / \\ \text{H}_3\text{C} & \text{C} & \text{CH}_3 \end{matrix}$ |                 | = 0             | -- OH                                                  |
| 83 | "                | = 0            | "                |                | -- F           | -- OH           | -OCOCH <sub>3</sub>                                                                                               | -- OH           | = 0             | -- OCOCH <sub>3</sub>                                  |
| 84 | "                | = 0            | "                |                | -- F           | -- OH           | $\begin{matrix} \text{O} & \text{O} \\ \diagdown & / \\ \text{H}_3\text{C} & \text{C} & \text{CH}_3 \end{matrix}$ |                 | = 0             | -- OPO ( ONa ) <sub>2</sub>                            |
| 85 | "                | = 0            | "                |                | -- F           | -- OH           | $\begin{matrix} \text{O} & \text{O} \\ \diagdown & / \\ \text{H}_3\text{C} & \text{C} & \text{CH}_3 \end{matrix}$ |                 | = 0             | -- OCOCH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> |

MINERALOCORTICOIDES

|    |  |     |   |  |  |       |  |                        |     |                                                       |
|----|--|-----|---|--|--|-------|--|------------------------|-----|-------------------------------------------------------|
| 86 |  | = 0 | " |  |  | -- OH |  | C <sub>18</sub><br>= 0 | = 0 | -- OH                                                 |
| 87 |  | = 0 | " |  |  |       |  |                        | = 0 | -- OH &                                               |
| 88 |  | = 0 | " |  |  |       |  |                        | = 0 | -- OCOCH <sub>3</sub>                                 |
| 89 |  | = 0 | " |  |  |       |  |                        | = 0 | -- OCO(CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>3</sub> |
| 90 |  | = 0 | " |  |  |       |  |                        | = 0 | -- OCOC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                |







| No | AGUA   | ACETONA | ALCOHOL | CLOROFORMO | DICXANO | ETER   | METANOL | DMF | CONTENIDO % |
|----|--------|---------|---------|------------|---------|--------|---------|-----|-------------|
| 48 | INSOL. | P.S.    | P.S.    | L.S.       |         | M.L.S. |         |     | 97 - 102    |
| 49 | INSOL. | L.S.    | L.S.    | L.S.       | M.S.    |        |         |     | 96 - 101    |
| 51 | INSOL. |         | SOL.    | M.S.       |         | L.S.   |         |     | 97 - 103    |
| 52 | F.S.   |         | L.S.    | INSOL.     | INSOL.  | INSOL. |         |     |             |
| 53 | INSOL. |         | P.S.    |            |         |        |         |     | 97 - 103    |
| 54 | F.S.   |         | P.S.    | INSOL.     |         | INSOL. |         |     | 97 - 103    |
| 56 | L.S.   |         |         | SOL.       |         |        |         |     | 97 - 103    |
| 57 | M.L.S. |         | SOL.    |            |         |        |         |     | 97 - 103    |
| 59 | INSOL. | L.S.    | P.S.    | L.S.       | P.S.    | M.L.S. | P.S.    |     | 97 - 103    |
| 60 | INSOL. | ML S.   | M.L.S.  | M.L.S.     | SOL.    | L.S.   | M.L.S.  |     | 97 - 105    |
| 63 | M.S.   | M.L.S.  | M.S.    | INSOL.     |         |        |         |     | 97 - 103    |
| 64 | INSOL. | SOL.    | SOL.    |            |         | SOL.   | P.S.    |     | 90 - 110    |
| 65 | M.L.S. | L.S.    | SOL.    | L.S.       | Y       |        | SOL.    |     | 97 - 102    |
| 66 | INSOL. | L.S.    | L.S.    | L.S.       |         |        |         |     |             |
| 67 | M.L.S. | SOL.    | P.S.    | M.S.       | M.S.    |        | P.S.    |     | 97 - 103    |
| 69 | INSOL. | SOL.    | SOL.    |            |         |        | SOL.    |     |             |
| 70 | M.S.   | M.L.S.  | L.S.    | L.S.       | M.L.S.  |        | SOL.    |     |             |
| 71 | INSOL. | M.S.    | M.S.    | M.S.       |         |        | M.S.    |     |             |
| 73 | P.S.   |         |         |            |         |        |         |     |             |
| 74 | INSOL. |         | L.S.    | SOL.       |         |        |         |     | 96 - 104    |
| 75 | M.L.S. | SOL.    | M.S.    | M.L.S.     |         | L.S.   |         |     | 97 - 102    |
| 76 | M.L.S. |         | L.S.    | L.S.       | L.S.    |        | L.S.    |     | 97 - 102    |
| 77 | M.L.S. |         | L.S.    | F.S.       |         |        |         |     | 96 - 104    |
| 79 | M.L.S. | L.S.    | SOL.    | L.S.       |         |        | SOL.    |     |             |

| No                                           | AGUA     | ACETONA | ALCOHOL | CLOROPORMO | DIOXANO | ETER   | METANOL | DMF | CONTENIDO % |
|----------------------------------------------|----------|---------|---------|------------|---------|--------|---------|-----|-------------|
| 81                                           | SOL.(20) |         | SOL.    | M.L.S.     |         | M.L.S. |         |     |             |
| 82                                           | INSOL.   | SOL.    | L.S.    | P.S.       |         |        | M.S.    |     |             |
| 83                                           | INSOL.   |         | M.L.S.  | SOL.       |         | L.S.   | M.L.S.  |     |             |
| 85                                           | INSOL.   |         |         | SOL.       |         |        | L.S.    |     | 97 - 102    |
| <u>M I N E R A L O C O R T I C O I D E S</u> |          |         |         |            |         |        |         |     |             |
| 88                                           | INSOL.   | SOL.    | P.S.    | M.S.       | L.S.    | L.S.   |         |     | 97 - 103    |
| 90                                           | INSOL.   | M.L.S.  | L.S.    | M.S.       | SOL.    | L.S.   | L.S.    |     | 97 - 103    |

| M E T O D O S   D E   I D E N T I F I C A C I O N                                                                                                                                                                                                            |          |          |          |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |               |                    |                                                              |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|----------|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|--------------------|--------------------------------------------------------------|
| ESPECTROFOTOMETRIA EN EL INFRARROJO                                                                                                                                                                                                                          |          |          |          | ESPECTROFOTOMETRIA EN EL ULTRAVIOLETA                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |               |                    |                                                              |
| EL ESPECTRO DE ABSORCION IR. DE UNA DISPERSION DE BrK,PREVIAMENTE SECA A 105° DURANTE 3 HRS. EXHIBE MAXIMA SOLAMENTE A LA MISMA LONGITUD DE ONDA QUE UNA PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA (DE CADA SUSTANCIA RESPECTIVA )<br>1350 - 650 cm <sup>-1</sup> |          |          |          | EL ESPECTRO DE ABSORCION DE UNA SOLN. A DETERMINADA CONCENTRACION,EN UN SOLVENTE(MeOH,EtOH C AGUA). EXHIBE MAXIMA Y MINIMA A LA MISMA LONGUITUD DE ONDA QUE UNA PREPARACION SIMILAR DEL P.R.(DE CADA SUSTANCIA RESPECTIVA) MEDIDAS BAJO LAS MISMAS CONDICIONES Y SUS ABSORBANCIAS CALCULADAS SOBRE BASE SECA,A LA MISMA LONGITUD DE ONDA-- DE MAXIMA ABSORBANCIA. |               |                    |                                                              |
| No                                                                                                                                                                                                                                                           | PICO "A" | PICO "B" | PICO "C" | SOLVENTE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | CONCENTRACION | ABSORBANCIA MAXIMA | EXTINCION CTE. DIELECTRICO<br>E <sub>1cm</sub> <sup>1%</sup> |
| 3                                                                                                                                                                                                                                                            | 1648     | 1608     | 1697     | METANOL<br>ETANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |               | 238 nm<br>240 nm   | e=15,200<br>390                                              |
| 64                                                                                                                                                                                                                                                           |          |          |          | METANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 1/50,000      | 239 nm             | 14,800                                                       |
| 7                                                                                                                                                                                                                                                            |          |          |          | AGUA                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 1/50,000      | 241 nm<br>263 nm   | 297<br>1.7-1.9<br>50,000                                     |
| 8                                                                                                                                                                                                                                                            |          |          |          | METANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 1/50,000      | 239 nm             | 0,63-0,67                                                    |
| 14                                                                                                                                                                                                                                                           |          |          |          | METANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 1/100,000     | 238 nm             |                                                              |
| 15                                                                                                                                                                                                                                                           |          |          |          | METANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |               | 242 nm             | 356                                                          |
| 16                                                                                                                                                                                                                                                           |          |          |          | METANOL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |               | 238 nm             | 15,700                                                       |

| Nº | PICO"A" | PICO"B" | PICO"C" | SOLVENTE                    | CONCENTRACION | ABSORBANCIA<br>MAXIMA      | EXTINCION<br>E <sub>1%</sub><br>1cm | CONSTANTE<br>DIELECTRICA |
|----|---------|---------|---------|-----------------------------|---------------|----------------------------|-------------------------------------|--------------------------|
| 17 |         |         |         | METANOL                     |               | 238 nm                     |                                     | e = 15,500               |
| 18 |         |         |         | METANOL                     |               | 238 nm                     |                                     | e = 15,750               |
| 19 | 1655    | 1616    | 892     | METANOL<br>METANOL          | 1/ 100,000    | 239 nm<br>263 nm           | 355<br>442 -445                     |                          |
| 20 |         |         |         | METANOL<br>ETANOL<br>ETANOL |               | 239 nm<br>240 nm<br>263 nm | <br>340 -370<br>375 -408            | e = 14,900               |
| 26 |         |         |         | ETANOL                      |               | 239 nm                     | 405                                 | e = 17,600               |
| 27 |         |         |         | ETANOL                      |               | 238 nm                     |                                     | e = 16,800               |
| 28 |         |         |         | ETANOL                      |               | 239 nm                     | 377                                 |                          |
| 29 |         |         |         | METANOL                     |               | 238 nm                     | 405                                 |                          |
| 30 |         |         |         | ETANOL                      |               | 237 nm                     |                                     | e = 4.16(log)            |
| 31 |         |         |         | METANOL                     | 1/ 50,000     | 237 nm                     |                                     |                          |
| 32 |         |         |         | ETANOL<br>ETANOL            |               | 238 nm<br>240 nm           | 358<br>360                          | e = 4,21 (log)           |
| 33 |         |         |         | ETANOL                      |               | 237 nm                     |                                     | e = 4.18(log)            |
| 34 |         |         |         | (METANOL                    |               | 242 nm                     |                                     | e = 16,300               |
| 35 |         |         |         | METANOL                     |               | 240 nm                     |                                     | e = 15,850               |
| 36 |         |         |         | metanol                     |               | 242 nm                     |                                     | e = 16,200               |
| 37 |         |         |         | METANOL                     |               | 242 nm                     | 2.15-2.3                            |                          |
| 38 |         |         |         | METANOL                     | 1/ 100,000    | 239 nm                     |                                     |                          |
| 39 |         |         |         | METANOL                     |               | 239 nm                     |                                     | e = 15,350               |

| No | PICO"A" | PICO"B" | PICO"C"      | SOLVENTE   | CONCENTRACION | ABSORBANCIA<br>MAXIMA | EXTINCCION<br>$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ | CONSTANTE<br>DIELECTRICA |
|----|---------|---------|--------------|------------|---------------|-----------------------|--------------------------------------|--------------------------|
| 40 |         |         |              | METANOL    |               | 238 nm                |                                      | $e = 15,700$             |
| 43 |         |         |              | METANOL    | 1/50,000      | 236 nm                |                                      | $\log e = 4.17$          |
| 44 |         |         |              | ETANOL     |               | 216 nm                |                                      | $e = 12,100$             |
|    |         |         |              | ETANOL 4-  |               | 324 nm                |                                      | $e = 17,100$             |
| 45 |         |         |              | METANOL    |               | 238 nm                |                                      | $e = 16,400$             |
| 48 | 1640    | 1702    | 1042<br>1232 | ETANOL     |               | 240 nm                | 435                                  |                          |
|    |         |         |              | METANOL    | 1/100,000     | 242 nm                |                                      |                          |
| 49 |         |         |              | METANOL    | 1/100,000     | 242 nm                | 390                                  |                          |
|    |         |         |              | ETANOL     |               | 240 nm                | 390                                  |                          |
|    |         |         |              | "          |               | "                     | 0.38                                 |                          |
| 51 |         |         |              | ETANOL     | 1/50,000      | 241 nm                |                                      |                          |
| 52 |         |         |              | ETANOL?    |               | 242 nm                | 298-341                              |                          |
| 54 |         |         |              | METANOL    | 1/50,000      | 242 nm                |                                      |                          |
| 57 |         |         |              | METANOL    | 1/100,000     | 239 nm                | 415                                  |                          |
| 58 |         |         |              | METANOL    |               | 238 nm                | 358                                  |                          |
| 59 |         |         |              | ALCOHOL    | 1/ 100,000    | 243 nm                |                                      | $M = 14,875$             |
| 60 |         |         |              | ETANOL 95% | 1/ 100,000    | 243 nm                |                                      | $M = 14,825$             |
| 63 |         |         |              | METANOL    | 1/ 50,000     | 243 nm                |                                      |                          |
| 64 |         |         |              | METANOL    | 1/ 50,000     | 242 nm                |                                      |                          |
|    |         |         |              | ETANOL     |               | 243 nm                |                                      | $\log e = 4.16$          |
| 65 |         |         |              | METANOL    | 1/ 100,000    | 242 nm                |                                      | $e = 15,000$             |
|    |         |         |              | ETANOL     |               | 240 nm                | 400-430                              |                          |
|    |         |         |              | ETANOL     |               | 263 nm                | 453-487                              |                          |

| No | PICO"A" | PICO"B" | PICO"C" | SOLVENTE                    | CONCENTRACION | ABSORBANCIA<br>MAXIMA      | EXTINCION<br>$E_{1\%}^{1cm}$ | CONSTANTE<br>DIELECTRICA |
|----|---------|---------|---------|-----------------------------|---------------|----------------------------|------------------------------|--------------------------|
| 66 |         |         |         | METANOL<br>ETANOL<br>ETANOL | 1/ 100,000    | 242 nm<br>240 nm<br>263 nm | 414<br>360-380<br>408-431    |                          |
| 70 |         |         |         | METANOL<br>AGUA             |               | 243 nm<br>247 nm           | 308<br>312                   |                          |
| 67 |         |         |         | METANOL                     | 1/ 50,000     | 242 nm                     |                              |                          |
| 62 |         |         |         | AGUA                        |               | 246 nm                     | 300                          |                          |
| 74 |         |         |         | METANOL<br>ETANOL           |               | 244 nm<br>240 nm           | 337                          | e = 14,700               |
| 75 |         |         |         | METANOL                     | 1/ 50,000     | 243 nm                     |                              |                          |
| 76 | 1668    | 1707    | 910     | METANOL<br>ETANOL           | 1/ 100,000    | 239 nm<br>240 nm           | 430                          | e = 15,500               |
| 77 | 1650    | 1610    | 1701    | ETANOL<br>ETANOL            |               | 238 nm<br>240 nm           | 360-400                      | e = 16,100               |
| 79 |         |         |         | ETANOL                      |               | 243 nm                     |                              | e = 15,900               |
| 81 |         |         |         | ETANOL                      |               | 238 nm                     | 380                          | e = 15,800               |
| 82 |         |         |         | METANOL                     | 1/ 50,000     | 238 nm                     | 330-360                      | e = 14,600               |
| 83 |         |         |         | ETANOL                      | 1/ 50,000     | 239 nm                     |                              | e = 15,200               |
| 88 |         |         |         | ETANOL                      |               | 240 nm                     |                              |                          |
| 90 |         |         |         | METANOL                     |               | 241 nm                     |                              |                          |

I D E N T I F I C A C I O N D E C O R T I C O S T E R O I D E S

METODO UNO

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA DE LA FARMACOPEA BRITANICA(B.P.) pp. A 95 Y EUR.Ph. VOL II,pag. 31

Placas .- DE VIDRIO DE 20 X 20,CUBIERTAS UNIFORMEMENTE CON ADSORBENTE KIESELGUHR G.

Solvente de Impregnación .-

I : UNA MEZCLA DE 1 VOLUMEN DE FORMAMIDA Y 9 VOLUMENES DE ACETONA.

II : UNA MEZCLA DE 1 VOLUMEN DE PROPILENGLICOL Y 9 VOLUMENES DE ACETONA.

III: UNA MEZCLA DE 1 VOLUMEN DE PARAFINA LIQUIDA Y 9 VOLUMENES DE PETROLEO CLARO(CALIENTE A 40 - 60°)

Equilibración .- ASCENDENTE,CON EL SOLVENTE DE IMPREGNACION DURANTE DOS HORAS,REMUEVALO DE LA CAMARA Y DEJE EVAPORAR EL SOLVENTE.

Soluciones .- CON UN VOLUMEN DE APLICACION DE 1 - 2 MICROLITROS (mcl) DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES

1 : 0.25 % w/v EN UNA MEZCLA DE 9 VOL. DE CLOROFORMO Y 1 VOL DE METANOL DE LA MUESTRA.

2 : 0.25 % w/v EN UNA MEZCLA DE 9 VOL. DE CLOROFORMO Y 1 VOL. DE METANOL DEL PATRON DE REFERENCIA.

3 : UNA MEZCLA DE VOLUMENES IGUALES DE LA SOLUCION 1 Y 2 .

4 : UN VOLUMEN IGUAL DE LA SOL. 1 Y UN 0.25 % w/v DE ALGUNA SUSTANCIA DE REFERENCIA (MENCIONADA)

Fases Móviles .-

A<sub>1</sub> : CLOROFORMO

B<sub>1</sub> : UNA MEZCLA DE 3 VOL. DE TOLUENO Y 1 VOL. DE CLOROFORMO.

C<sub>1</sub> : TOLUENO

D<sub>1</sub> : UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE TOLUENO Y 4 VOL. DE CICLOHEXANO

E<sub>1</sub> : UNA MEZCLA DE VOLUMENES IGUALES DE CICLOHEXANO Y PETROLEO CLARO(CALIENTE DE 40 - 60° )

F<sub>1</sub> : UNA MEZCLA DE 2 VOL. DE ACIDO ACETICO GLACIAL Y 3 VOL. DE AGUA

G<sub>1</sub> : UNA MEZCLA DE 3 VOL. DE n-BUTILICO,1 VOL. DE ANHIDRIDO ACETICO Y 1 VOL. DE AGUA

DEJE SECAR EL SOLVENTE AL AIRE Y LUEGO A 120° DURANTE 15 min.

LOCALIZACION .- AGENTE REVELADOR (R<sub>1</sub>)SOLN. AL 10% v/v DE ACIDO SULFURICO EN ALCOHOL,CALIENTE A 120° POR 10 min. EXAMINE BAJO LUZ UV. 366 nm



METODO DOS

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA U.S.P. XIX pp 628

placas: DE VIDRIO DE 20 X 20 cm CUBIERTAS CON UNA CAPA UNIFORME DE SILICA GEL (MEZCLADO CON UNA SOLUCION CONTENIENDO 5 VOL. DE AGUA Y 2 VOL. DE ALCOHOL) Y UNA SUSTANCIA FLUORESCENTE CONVENIENTE Y ADICIONADA GRADUALMENTE, DEJE SECAR A TEMP. AMB. POR 15 min. Y A 105° POR 1 HORA.

Solvente de impregnación:

A<sub>2</sub> UNA MEZCLA DE 180 VOL. DE CLORURO DE METILO Y 16 VOL. DE METANOL

B<sub>2</sub> UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE CLOROFORMO Y 1 VOL. DE ACETONA

Equilibración: ASCENDENTE CON PAPEL ADSORBENTE CON UN RECORRIDO DE 15 min.

Soluciones: CON UN VOL. DE APLIC. DE 200 mcl DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES A LA PLACA.

1.-SOLN. DE MUESTRA ESPECIFICADA EN CADA SUSTANCIA.

2.-SOLN. DE PATRON DE REFERENCIA, DISUELVA EN UNA MEZCLA DE VOL. IGUALES DE CLOROFORMO Y ALCOHOL UNA CANTIDAD CONVENIENTE PREVIAMENTE SECADA A 105° DURANTE 3 HRS. DEL P.R. PESE CUIDADOSAMENTE Y OBTENGA UNA CONCENTRACION CERCANA A 2 mg / ml.

3.-SOLN. BLANCO PREPARADA CON 20 ml DE ALCOHOL.

Localización: "1" LA DE LA BANDA PRINCIPAL OCUPADA POR LA SOLN. DEL P.R. QUE SERA EXAMINADA, -- PREVIAMENTE MARCADA) BAJO LUZ UV. HACIENDO LO MISMO CON LAS OTRAS BANDAS DE LAS SOLUCIONES -- LUEGO RASPE LA SILICA DE CADA BANDA Y EL PAPEL (PESADO) Y LLEVELOS A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 50 ml CON TAPON, A CADA TUBO AÑADA 25 ml DE ALCOHOL Y AGITE POR 2 min., CENTRIFUGE POR 5 min. -- TOME UNA ALICUOTA DE LA SOLN. SOBRENADANTE DEL TUBO DE CENTRIFUGA Y LLEVELA A UN FRASCO CONICO DE 50 ml CON TAPA DE VIDRIO (HAGA LO MISMO CON LOS TUBOS BLANCO Y MUESTRA) AÑADA 2 ml DE -- UNA SOLN. PREPARADA POR DISOLN. DE 50 mg DE AZUL DE TETRAZOLIO EN 10 ml DE MeOH Y MEZCLE. --- SIGA EL PROCEDIMIENTO O LOCALIZACION "2" (DEL ENSAYO PARA ESTERCIDES CON AZUL DE TETRAZOLIO -- COMENZANDO CON " A CADA UNO DE LOS FRASCOS..."

C<sub>2</sub> UNA MEZCLA DE 2 VOL. DE ETIL ACETATO Y 1 VOL. DE CLORURO DE METILO, 1 VOL. DE AGUA.

(LA CAPA INFERIOR DE LA MEZCLA ES TOMADA PARA EL ENSAYO)

METODO "DOS BIS"

ENSAYO PARA ESTEROIDES CON AZUL DE TETRAZOLIO U.S.P.. XIX pp 622

PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA: DISOLVER EN ALCOHOL UNA CANTIDAD CONVENIENTE DEL P.R. ESPECIFICADO EN CADA MONOGRAFIA INDIVIDUAL, SECADO BAJO LAS CONDICIONES ESPECIFICADAS EN LA MISMA, PESAR CUIDADOSAMENTE UNA CANTIDAD PARA OBTENER UNA CONCENTRACION CERCANA A 10 mcg/ml. SE TOMA UNA ALICUOTA DE ESTA SOLN. DE 20 ml Y SE LLEVA A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml.

PREPARACION DE LA MUESTRA: COMO SE ESPECIFICA EN CADA MONOGRAFIA INDIVIDUAL.

PROCEDIMIENTO O LOCALIZACION "2" : A CADA UNO DE LOS FRCS. CONTENIENDO LA MUESTRA, EL PATRON, Y EL BLANCO ( 20 ml DE ALCOHOL ) SE AÑADEN RESPECTIVAMENTE 2 ml DE UNA SOLN. PREPARADA POR DILUCION DE 50 mg DE AZUL DE TETRAZOLIO EN 10 ml DE ALCOHOL. ADICIONE 2 ml DE UNA MEZCLA -- DE 1 VOL. DE SOLN. TIT. DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO Y 9 VOL. DE ALCOHOL. MEZCLE PERFECTAMENTE Y DEJE EN LA OSCURIDAD POR 90 min.

DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LAS SOLN. DE INMEDIATO Y A UN MAXIMO DE 525 nm EN EL ESPECTROFOTOMETRO. CALCULE LOS RESULTADOS POR MEDIO DE LA FORMULA DE CADA MONOGRAFIA INDIVIDUAL, EN DONDE:

C = CONC. DE LA SOLN. DEL P.R. EN mcg / ml

Au = ABS. OBTENIDA DE LA SOLN. DE MUESTRA EN CADA MONOGRAFIA INDIVIDUAL.

As = ABS. OBTENIDA DE LA SOLN. DE EL PATRON DE REFERENCIA ( P.R.).

---

METODO TRES

CRMATOGRAFIA EN CAPA FINA (C.C.F.) DE EL N.F. XIV pp 873

Placas.- DE VIDRIO DE 20 X 20 cm, CUBIERTAS POR UNA CAPA UNIFORME DE SILICA GEL.

Solvente de Impregnación.-

A<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE 2 VOL. DE CLOROFORMO Y 1 VOL. DE DIETILAMINA.

B<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE ALCOHOL BUTILICO SAT. CON ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO ( 1 en 12 ).

C<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE 1 VOL. DE BENCENO Y 1 VOL. DE ETIL ACETATO.

D<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE CLORURO DE METILO Y 1 VOL. DE ACETONA

E<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE 180 VOL. DE CLOROFORMO, 15 VOL. DE METANOL Y 1 VOL. DE AGUA

F<sub>3</sub> UNA MEZCLA DE 60 VOL. DE CLORURO DE METILO, 40 VOL. DE NITROETANO Y 1 VOL. DE AC. ACETICO GLACIAL

Equilibración : ASCENDENTE

Soluciones : CON UN VOLUMEN DE APLICACION DE 10 mcl DE CADA UNA DE LAS SOLN. A LA PLACA.

1 SLN. DE MUESTRA ESPECIFICANDO SU SOLVENTE

2 SLN. DEL PATRON DE REFERENCIA DEBERA TENER UNA CONCENTRACION DE 500 mcg/ ml

3 SLN. DE BLANCO

Localización : AGENTE REVELADOR (R<sub>3</sub>) = AC.SULFURICO, METANOL Y AC. NITRICO (10:10:1) CALIENTE A 405° DURANTE 10 min. EXAMINE BAJO LUZ UV.

---

#### METODO CUATRO

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA "ISOLATION & IDENTIFICATION OF DRUGS" CLARKE pag 56

Placas.- DE VIDRIO DE 20 X 20 CUBIERTAS CON SILICA GEL, SECADA A 110° POR 1 HORA. ACETATO DE CORTISONA COMO CONTROL. NINGUNA EQUILIBRACION.

Soluciones.- 1 mcl DE UNA SOLN. EN 1 ml DE CLOROFORMO : METANOL (1 a 1)

Solvente de Impregnación.-

A<sub>4</sub> UNA MEZCLA DE 100 VOL. DE DICLOROETANO, 50 VOL. DE METIL ACETATO Y 50 VOL. DE AGUA

Desarrollo.- ASCENDENTE (15 cm) DEJE SECAR POR UNA CORRIENTE DE AIRE Y SEQUE A 105° POR 15 min.

Localización .- AGENTE REVELADOR (R<sub>4</sub>) DILUIR 5 ml DE UNA SOLN. AL 0.5 % w/v DE 2,5 - difenil -3- (4 - esterilfenil) CLORURO DE TETRAZOLIO EN ETANOL Y 9 VOL. DE NaOH AL 2 N (RECIENTE PREPARACION)

---

#### METODO CINCO

Soluciones.- TOMANDO HIDROCORTISONA COMO CONTROL

SOLVENTE DE IMPREGNACION A<sub>5</sub> UNA MEZCLA DE 100 VOL. DE CLORURO DE METILO, 50 DIOXANO Y 50 DE AGUA.

Localización .- AGENTE REVELADOR (R<sub>4</sub>)

METODO SEIS

PUREZA CROMATOGRAFICA PARA ESTEROIDES N.F. XIV pag 976 (ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS)

Placas.- DE VIDRIO DE 20 X 20 cm CUBIERTAS CON SILICA GEL, SECADA POR 15 min. A TEMPERATURA AMBIENTE Y LUEGO CALENTAR A 105° POR 1 HORA.

Solvente de Impregnación.-

A<sub>6</sub> UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE BENCENO Y 3 VOL. DE ETIL ACETATO

B<sub>6</sub> UNA MEZCLA DE 7 VOL. DE BENCENO Y 3 VOL. DE ETIL ACETATO

C<sub>6</sub> UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE BENCENO Y 1 VOL. DE ACETONA

D<sub>6</sub> UNA MEZCLA DE 4 VOL. DE BENCENO Y 1 VOL. DE ISOPROPILICO

Equilibración.- ASCENDENTE CON PAPEL ABSORBENTE, HASTA QUE EL SOLVENTE HAYA RECORRIDO 15 cm.

Soluciones.- VOLUMEN DE APLICACION DE 50 mcI DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES EN LA PLACA

1.- SOLUCION DE MUESTRA SE ESPECIFICARA EN CADA MONOGRAFIA

2.- SOLN. DEL PATRON DE REFERENCIA : DISUELVA EN UNA MEZCLA DE VOLUMENES IGUALES DE CLOROFORMO/ALCOHOL UNA CANTIDAD CONVENIENTE, TENIENDO UNA CONCENTRACION FINAL CERCANA A 8 mg/ ml.

3.- SOLN. BLANCO

Localización .- REMUEVA LA PLACA Y LOCALICE LA BANDA PRINCIPAL OCUPADA POR LA PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA Y EXAMINE BAJO LUZ ULTRAVIOLETA DE ONDA CORTA. MARQUE ESTA Y LAS BANDAS DE BLANCO Y DE MUESTRA RESPECTIVAS. CUANTITATIVAMENTE REMUEVA LA SILICA GEL QUE CONTIENE ESTAS BANDAS Y LLEVE A TUBOS DE CENTRIFUGA DE 50 ml. AÑADA 25 ml DE ALCOHOL A CADA TUBO Y AGITE POR 2 min. CENTRIFUGE POR 5 min. A 1500 r.p.m. DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LAS SOLUCIONES Y REALIZE LOS CALCULOS NECESARIOS CON LA FORMULA DADA EN CADA MONOGRAFIA RECORDANDO QUE:

C = CONCENTRACION EXACTA EN mg/ml DEL PATRON DE REFERENCIA

w = PESO EN mg DE LA MUESTRA TOMADA

V = VOLUMEN EN ml DE LA MUESTRA TOMADA

METODO SIETE

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA ( ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS) B.P. pag A 95 METODO A.

Placas .- 20 X 20 cm CUBIERTAS DE SILICA GEL.

Fase Movil :-

A<sub>7</sub> UNA MEZCLA DE 77 VOL DE DICLOROETANO, 15 VOL. ETER SOLV., 8 VOL DE METANOL Y 1.2 VOL. DE AGUA  
VOLUMEN DE APLICACION 1 mcl DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES EN LA PLACA CROMATOGRAFICA

Soluciones .- EN UNA MEZCLA DE 9 VOL. DE CLOROFORMO Y 1 VOL. DE METANOL CONTENIENDO

- 1 ) 1.5 % w/v DE LA MUESTRA
- 2 ) 1.5 % w/v DE EL PATRON DE REFERENCIA
- 3 ) 0.03 % w/v DE CADA UNA DE LAS SIGUIENTES SUSTANCIAS PATRON DE REFERENCIA.

PREDNISOLONA, PREDNISONA, Y ACETATO DE CORTISONA

Localización.-

REMUEVA LA PLACA Y DEJE EVAPORAR EL SOLVENTE Y SEQUE A 105° DURANTE 10 min.

AGENTE REVELADOR ( R<sub>7</sub> = SOLUCION ALCALINA DE AZUL DE TETRAZOLIO (RECIENTEMENTE PREPARADA) SEA:  
MEZCLA DE 1 VOL. DE UNA SOLN. 0.2 % w/v DE AZUL DE TETRAZOLIO EN METANOL Y 3 VOL. DE UNA SOLN. DE  
12 % w/v DE HIDROXIDO DE SODIO EN METANOL.

METODO OCHO

A<sub>8</sub>  
FASE MOVIL .- UNA MEZCLA DE 95 VOL. DE CLORURO DE ETILENO, 5 VOL. DE METANOL Y 0.2 VOL. DE AGUA

Soluciones.- (1 y 2 ) SEMEJANTES AL METODO SIETE.

(3) 0.03 % w/v DE CADA UNA DE LAS SIGUIENTES SUSTANCIAS PATRON DE REFERENCIA DE:

PREDNISONA, ACETATO DE PREDNISOLONA, ACETATO DE CORTISONA Y ACETATO DE DEOXCORTICOSTERONA.

Localización.- IGUAL AL METODO SIETE.

| No | METODO | CANTIDAD DE LA MUESTRA Y DEL PATRON REFERENTE<br>( % en w/v ) | MEZCLA IMPREGNACION | VOL. DE APLIC. mcl | FASE MOVIL     | DIST. DE RECORRIDO cm | TIEMPO DE SECADO A 120° | AGENTE REVELADOR | TIEMPO DE SECADO A T° - min. |
|----|--------|---------------------------------------------------------------|---------------------|--------------------|----------------|-----------------------|-------------------------|------------------|------------------------------|
| 2  | UNO    | (1,2,3): METANOL<br>(4): FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA STD.  | II                  | 2                  | D <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 3  | TRES   | (1,2): 500 mcg / ml en CLOROFORMO                             |                     | 10                 | A <sub>3</sub> | 15                    |                         | R <sub>3</sub>   | 105 - 10                     |
| 3  | UNO    | (1,2,3): 0.1 mg / ml en METANOL                               | I                   | 2                  | A <sub>1</sub> | 15                    | 15                      | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 4  | UNO    | (1,2,3): 0.1 mg / ml en METANOL                               | I                   | 2                  | A <sub>1</sub> | 15                    | 15                      | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 7  | UNO    | (1,2): 1 mg/ml en soln. BENCENO/ETANOL/ AGUA<br>(5 : 5 : 1)   |                     | 2                  | B <sub>3</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 7  | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                           |                     | 2                  | G <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 8  | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                           | I                   | 1                  | B <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 8  | TRES   | (1,2): 1 mg/ml ALCOHOL                                        |                     | 10                 | C <sub>3</sub> | 15                    |                         | R <sub>3</sub>   | 120 - 10                     |
| 13 | UNO    | (1,2,3): 1 mg/ml METANOL                                      | I                   | 2                  | B <sub>1</sub> | 15                    | 15'                     | R <sub>1</sub>   | 120 - 10                     |
| 14 | CINCO  | (1,2): 1 mcg/ml en soln. CLOROFORMO / METANOL                 |                     | 1                  | A <sub>4</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub>   | 105 - 15                     |

| Nº | METODO | CANTIDAD DE LA MUESTRA<br>Y DEL PATRON REFERENTE<br>(% en w / v ) | MEZCLA<br>IMPREG<br>NACION | VOL. DE<br>APLIC.<br>mcl | FASE<br>MOVIL  | DIST. DE<br>RECORRIDO<br>cm | TIEMPO DE<br>SECADO A<br>120° | AGENTE<br>REVELA<br>DOR | TIEMPO DE<br>SECADO A<br>T° - min |
|----|--------|-------------------------------------------------------------------|----------------------------|--------------------------|----------------|-----------------------------|-------------------------------|-------------------------|-----------------------------------|
| 19 | DOS    | (1,2,3) 500 mcg/ml en<br>CLOROFORMO                               |                            | 10                       | A <sub>2</sub> | 15                          |                               | R <sub>3</sub>          | 105 - 10                          |
| 20 | CUATRO | (1,2): 1 mcg/ml en soln.<br>CLOROFORMO / METANOL                  |                            | 1                        | A <sub>4</sub> | 15                          |                               | R <sub>4</sub>          | 105 - 15                          |
| 22 | DOS    | RESIDUO PAG. 124 USP.<br>XIX.                                     |                            | 10                       | A <sub>2</sub> | 15                          |                               | R <sub>3</sub>          | 105 - 10                          |
| 27 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | I                          | 1                        | B <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 32 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | I                          | 1                        | B <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 36 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | II                         | 1                        | D <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 36 | DOS    | (1,2): 500mcg/ml CHCl <sub>3</sub>                                |                            | 100                      | A <sub>3</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 105 - 10                          |
| 37 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | II                         | 1                        | D <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 38 | TRES   | (1,2): 500 mcg/ml CHCl <sub>3</sub>                               |                            | 100                      | D <sub>3</sub> | 15                          |                               | R <sub>3</sub>          | 105 - 10                          |
| 43 | DOS    | (1,2): 10 mg / ml en<br>CLOROFORMO - METANOL                      |                            | 100                      | C <sub>3</sub> | 15                          |                               | R <sub>3</sub>          | 105 - 10                          |
| 48 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | I                          | 2                        | A <sub>1</sub> | 15                          | 15 min.                       | R <sub>1</sub>          | 105 - 10                          |
| 49 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               | I                          | 2                        | B <sub>1</sub> | 15                          | 15 min.                       | R <sub>1</sub>          | 105 - 10                          |
| 52 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               |                            | 5                        | G <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 53 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               |                            | 2                        | G <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |
| 54 | UNO    | (1,2,3): en METANOL                                               |                            | 2                        | G <sub>1</sub> | 15                          |                               | R <sub>1</sub>          | 120 - 10                          |

| No                                                      | METODO | CANTIDAD DE LA MUESTRA Y DEL P.R. (% EN w / v) | MEZCLA IMPREG. | VOL. DE APLIC. mcl | FASE MOVIL     | DIST, DE RECORRIDO cm | TIEMPO DE SECADO A 120° | AGENTE REVELA  | TIEMPO SECADO T° -min |
|---------------------------------------------------------|--------|------------------------------------------------|----------------|--------------------|----------------|-----------------------|-------------------------|----------------|-----------------------|
| 57                                                      | TRES   | (1,2):20 mg/ml en BENCENO - ALCOHOL            |                | 10                 | E <sub>3</sub> | 15                    |                         | R <sub>3</sub> | 105 -10               |
| 59                                                      | UNO    | (1,2,3):EN METANOL                             | I              | 1                  | A <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub> | 120 -10               |
| 64                                                      | TRES   | (1,2): 2 mg/ml EN CLOROFORMO - METANOL         |                | 10                 | F <sub>3</sub> | 15                    |                         | R <sub>3</sub> | 105 -10               |
| LLEVE A CABO TODO EL PROCESO A PARTIR DE LA FASE MOVIL. |        |                                                |                |                    |                |                       |                         |                |                       |
| 65                                                      | UNO    | (1,2,3): EN METANOL                            | I              | 2                  | A <sub>1</sub> | 15                    | 15 min                  | R <sub>1</sub> | 120 -10               |
| 70                                                      | UNO    | (1,2,3)(4) FOSFATO SODI CO DE PREDNISOLCNA     |                | 2                  | G <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub> | 120 -10               |
| 74                                                      | UNO    | (1,2,3):EN METANOL                             | I              | 1                  | B <sub>1</sub> | 15                    |                         | R <sub>1</sub> | 120 -10               |
| 76                                                      | CUATRO | (1,2):1mcg/ml en CLOROFORMO - METANOL          |                | 1                  | A <sub>4</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub> | 105 -15               |
| 76                                                      | CINCO  | " "                                            |                | 1                  | A <sub>5</sub> | 15                    |                         | R <sub>5</sub> | 105 -15               |
| 81                                                      | CINCO  | " "                                            |                | 1                  | A <sub>5</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub> | 105 -15               |
| 82                                                      | CUATRO | " "                                            |                | 1                  | A <sub>4</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub> | 105 -15               |
| 88                                                      | CUATRO | " "                                            |                | 1                  | A <sub>4</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub> | 105 -15               |
| 90                                                      | CUATRO | " "                                            |                | 1                  | A <sub>4</sub> | 15                    |                         | R <sub>4</sub> | 105 -15               |



ENSAYOS DE PUREZA

|    | PERDIDA<br>SOBRE<br>SECADO A<br>105° POR<br>3 hrs. | RESIDUO<br>DE<br>IGNICION | CENIZAS<br>SULFATADAS | CONTENIDO<br>DE<br>AGUA | FLUOR       | SELENIO              | METALES<br>PESADOS | pH        |
|----|----------------------------------------------------|---------------------------|-----------------------|-------------------------|-------------|----------------------|--------------------|-----------|
| No | No más del:                                        | %                         | No más del:           | No más del:             | No más del: |                      |                    |           |
| 2  | 0.5 %                                              |                           | 0.1 %                 |                         |             |                      |                    |           |
| 3  | 1.0 %                                              | 0.2                       |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 4  | 1.0 %                                              | 0.2                       |                       | 10 %                    |             |                      |                    |           |
| 7  |                                                    |                           |                       | 8 %                     |             |                      |                    | 7.5- 9    |
| 8  | 0.5 %                                              | 0.1                       | 0.1 %                 |                         |             |                      |                    |           |
| 14 | 1.0 %                                              | omitida<br>de 100 mg      |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 19 | 1.0 %                                              | 0.2                       |                       |                         |             |                      |                    | 7.5 -10.5 |
| 22 |                                                    |                           |                       | 16 %                    |             | PO <sub>4</sub> = 1% |                    |           |
| 27 | 1.0 %                                              | 0.1                       |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 29 | 1.0 %                                              |                           |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 31 | 1.0 %                                              |                           |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 32 | 1.0 %                                              |                           | 0.1 %                 |                         | 7.6 - 8.6 % |                      |                    |           |
| 36 | 0.5 %                                              |                           | 0.1 %                 |                         | 0.5 %       |                      |                    |           |
| 37 | 0.5 %                                              | 0.2                       | 0.1 %                 |                         | 3.8 - 4.4   |                      |                    |           |
| 38 | 1.0 %                                              | 0.2                       |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 39 |                                                    |                           |                       |                         | 0.5 %       |                      |                    |           |
| 43 | 1.0 %                                              |                           |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 44 | 1.0 %                                              |                           |                       |                         |             |                      |                    |           |
| 48 | 1.0 %                                              | omitida<br>de 100 mg      |                       |                         |             |                      |                    |           |

ENSAYOS DE PUREZA

| Bo | No más del : | %                     | No más del: | No más del: | No más del: | %     | %          | pH         |
|----|--------------|-----------------------|-------------|-------------|-------------|-------|------------|------------|
| 49 | 1.0 %        | omitidas<br>de 100 mg |             |             |             |       |            |            |
| 51 | 1.0 %        | 0.2                   |             |             |             |       |            |            |
| 52 | 5%(80° /5hr) |                       |             | 10 %        |             |       | 0.004      | 7.5-8.5    |
| 53 | 5 %          |                       | 0.1%        |             |             |       |            |            |
| 54 | 2 %          |                       |             |             |             |       | Na:4.5-4.8 |            |
| 57 | 1.0%         | 0.1                   |             |             | 5 %         |       |            |            |
| 59 | 1.0%         | 0.2                   | 0.1%        |             |             |       |            |            |
| 60 | 1.0 %        | 0.2                   |             |             |             |       |            |            |
| 63 | 3.0 %        |                       |             |             |             |       | Na:4.5-4.8 |            |
| 64 | 1.0 %        |                       |             |             |             |       |            |            |
| 65 | 1.0 %        |                       |             |             |             |       |            |            |
| 66 | 1.0 %        |                       |             |             |             |       |            |            |
| 70 | 5.0 %        |                       |             | 8 %         |             | 0.003 |            | 7.5-8.5    |
| 74 | 0.5 %        |                       | 0.1%        |             |             |       |            |            |
| 75 | 0.5 %        | omitidas              |             |             |             |       |            |            |
| 76 | 1.0 %        | omitidas              |             |             |             | 0.003 |            |            |
| 82 | 1.5 %        |                       |             |             |             |       | 0.0025     |            |
| 83 | 5%(60°)      | 0.5                   |             |             |             |       | 0.0025     |            |
| 85 | 2.0 %        |                       |             |             |             |       | 0.002      |            |
| 88 | 0.5 %        |                       |             |             |             |       |            |            |
| 90 | 0.5 %        |                       |             |             |             |       |            |            |
| 81 | 2.0 %        |                       | 0.5%        |             |             |       |            | 4.42 -5.22 |

| ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS ( CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA ) |        |                                                                                          |                                   |                     |                    |                              |                  |                               |
|----------------------------------------------------------------------|--------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|------------------|-------------------------------|
| No                                                                   | METODO | SOLN. CONCEN.                                                                            | SOLVENTES                         | MEZCLA IMPREGNACION | VOL. DE APLIC. mcl | TIEMPO DE SECADO A 105°, min | AGENTE REVELADOR | LECTURA DE ABSORBANCIA MAXIMA |
| 2                                                                    | OCHO   | (1) 1.5 %<br>(2) "<br>(3) BECLOROMETASONA 17 PROPIONATO<br>BECLOROMETASONA 21 PROPIONATO | CHCl <sub>3</sub> /MeOH<br>"<br>" | A <sub>8</sub>      | 1                  | 10                           | R <sub>7</sub>   |                               |
| 3                                                                    | SEIS   | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml                                                              | CHCl <sub>3</sub> /ALC.<br>"      | E <sub>3</sub>      | 50                 | 10                           |                  | 239 nm                        |
| 4                                                                    | SEIS   | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml                                                              | "<br>"                            | E <sub>3</sub>      | 50                 | 10                           |                  | 239 nm                        |
| 7                                                                    | SEIS   | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml                                                              | AGUA/ACET.<br>(1: 2)              | B <sub>3</sub>      | 50                 | 10                           |                  | 241 nm                        |
| 8                                                                    | SEIS   | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml                                                              | CHCl <sub>3</sub> /ALC.<br>"      | C <sub>3</sub>      | 50                 | 10                           |                  | 239 nm                        |
| 8                                                                    | OCHO   | (1) 1.5 %<br>(2) 1.5 %<br>(3) BETAMETASONA<br>BETAMETASONA 21 VALERATO                   | CHCl <sub>3</sub> /MeOH<br>"<br>" | A <sub>8</sub>      | 1                  | 10                           | R <sub>7</sub>   |                               |
| 27                                                                   | OCHO   | (1) , (2), (3)                                                                           | CHCl <sub>3</sub> /MeOH           | A <sub>8</sub>      | 1                  | 10                           | R <sub>7</sub>   |                               |
| 27                                                                   | DOS    | (1) 100mg/5ml<br>(2) "                                                                   | CHCl <sub>3</sub> /ACET.<br>(5:1) | C <sub>2</sub>      | 10                 | 10                           |                  | 366 nm                        |

| No                                                                       | METODO | SOLN. CONCEN.                                                           | SOLVENTES                    | MEZCLA IMPREGNACION | VOL. DE APLIC. mcl | TIEMPO DE SECADO A 105°, min. | AGENTE REVELADOR                | LECTURA DE ABSORBANCIA MAXIMA |
|--------------------------------------------------------------------------|--------|-------------------------------------------------------------------------|------------------------------|---------------------|--------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| 31                                                                       | SEIS   | (1) 20mg/ml<br>(2) i:200mcg/ml<br>ii:400mcg/ml<br>iii:600mcg/ml         | DIOXANO<br>"<br>"<br>"       | B <sub>6</sub>      | 5                  |                               | R <sub>1</sub> (100°<br>POR 30) |                               |
| 32                                                                       | SIETE  | (1),(2),(3)                                                             | CHCl <sub>3</sub> /MeOH      | A <sub>7</sub>      | 1                  | 10                            | R <sub>7</sub>                  |                               |
| 36                                                                       | OCHO   | (1) 0.5 %<br>(2) y (3)                                                  | ACETONA                      | A <sub>8</sub>      | 3<br>1             | 10                            | R <sub>7</sub>                  |                               |
| 37                                                                       | OCHO   | (1),(2),(3)                                                             | CHCl <sub>3</sub> /MeOH      | A <sub>8</sub>      | 1                  | 10                            | R <sub>7</sub>                  |                               |
| 38                                                                       | SEIS   | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml                                             | CHCl <sub>3</sub> /ALC.<br>" | C <sub>6</sub>      | 50                 | 10                            |                                 | 239 nm                        |
| 43                                                                       | DOS    | (2) 10mg/ml<br>(1) 50mg/5ml                                             | "<br>"                       | C <sub>3</sub>      | 10                 |                               |                                 | 237 nm                        |
| COMIENZE CON: CENTRIFUGE LOS TUBOS POR 5min"                             |        |                                                                         |                              |                     |                    |                               |                                 |                               |
| REALICE LOS CALCULOS POR MEDIO DE LA FORMULA : % = 100(-)500(c/w)(Au/As) |        |                                                                         |                              |                     |                    |                               |                                 |                               |
| 53                                                                       | SIETE  | (1),(2)<br>(3) HIDROCORTISONA<br>ACETATO DE HIDROCORTISONA              |                              | A <sub>7</sub>      | 1                  | 10                            | R <sub>7</sub>                  |                               |
| 54                                                                       | SIETE  | (1),(2)<br>(3) ACETATO DE HIDROCORTISONA<br>(4) 0.075 DE HIDROCORTISONA |                              | A <sub>7</sub>      | 1                  | 10                            | R <sub>7</sub>                  |                               |

| No                                                                                             | METODO         | SOLN.                             | CONC. | SOLVENTES                | MEZCLA<br>IMPREG. | VOL. DE<br>APLIC.<br>mcl | TIEMPO DE<br>SECADO A<br>105°, min | AGENTE<br>REVELA<br>DOR | LECTURA DE ABS.MAX. |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|-----------------------------------|-------|--------------------------|-------------------|--------------------------|------------------------------------|-------------------------|---------------------|
| 57                                                                                             | SEIS           | (1) 80mg/10ml                     |       | CHCl <sub>3</sub> + ALC. | E <sub>3</sub>    | 50                       | 10                                 |                         | 238 nm              |
| 59                                                                                             | SIETE (1,2,3): |                                   |       | CHCl <sub>3</sub> - ALC. | D <sub>6</sub>    | 1                        | 10                                 | R <sub>7</sub>          |                     |
| 59                                                                                             | SEIS           | (1) 80 mg/10ml<br>(2) 8 mg / ml   |       | CHCl <sub>3</sub> - ALC. | D <sub>6</sub>    | 50                       | 10                                 |                         | 243 nm              |
| COMIENZE CON " CENTRIFUGE LOS TUBOS POR 5 min..." REALIZE LOS CALCULOS: %=100-1000(c/w)(Au/As) |                |                                   |       |                          |                   |                          |                                    |                         |                     |
| 60                                                                                             | DOS            | (1) 80 mg/10 ml<br>(2) 8 mg / ml  |       | CHCl <sub>3</sub> - ALC. | D <sub>6</sub>    | 50                       | 10                                 |                         | 243 nm              |
| 64                                                                                             | SEIS           | (1) 10 mg/ml<br>(2) 50 mg/5ml     |       | CHCl <sub>3</sub> - ALC. | F <sub>3</sub>    | 10                       | 10                                 |                         | 242 nm              |
| 74                                                                                             | OCHO (1,2,3):  |                                   |       | CHCl <sub>3</sub> - MeOH | A <sub>8</sub>    | 1                        | 10                                 | R <sub>7</sub>          |                     |
| 75                                                                                             | DOS            | (1) 80 mg / 10 ml<br>(2) 8 mg /ml |       | Clorf.-Alc.<br>(5:4:1)   | G <sub>1</sub>    | 50                       |                                    |                         | 243 nm              |
| COMIENZE CON "CENTRIFUGE LOS TUBOS POR 5 min..." REALIZE LOS CALCULOS %=100-1000(c/w)(Au/As)   |                |                                   |       |                          |                   |                          |                                    |                         |                     |
| 90                                                                                             | SEIS           | (1) 40 mg/10ml<br>(2) 20 mg/ml    |       | CHCl <sub>3</sub> -ALC.  | A <sub>6</sub>    | 50                       | 10                                 |                         | 240 nm              |
| 83                                                                                             | SEIS           | (1) 80mg/10ml<br>(2) 8mg/ml       |       | CHCl <sub>3</sub> -ALC.  | D <sub>6</sub>    | 50                       | 10                                 |                         | 238 nm              |

ENSAYO DE VALORACION

---

METODO "A"

ESPECTROFOTOMETRICO B.P. pp 44

PROTEGA LAS SOLUCIONES DE LA LUZ A TRAVES DE TODO EL ENSAYO.

SOLUCIONES:(1) P.R. SE TOMARA EN CADA CASO EL DE LA SUSTANCIA QUE SE EXAMINARA.

(2) MUESTRA LA ESPECIFICADA EN CADA MONOGRAFIA INDIVIDUAL.

(3) BLANCO SE RAN 10 ml DE ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS.

TODAS LAS SOLN. TENDRAN UNA CONC. ESPECIFICADA EN LA MONOGRAFIA ENTRE 340 y 360 mcg En 10 ml DE ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS, EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 25 ml, AÑADA 2 ml DE UNA SOLN. DE -- CLORURO DE TRIFENILTETRAZOLIO, DESPLAZA EL AIRE CON OXIGENO LIBRE DE NITROGENO. COLOQUE 2 ml DE UNA SOLN. DILUIDA DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO A CADA TUBO E INSERTE EL TAPON, AGITANDO -- CON MOVIMIENTO ROTATIVO LENTO, DEJE EN BAÑO DE AGUA A 35° POR 2 HORAS. ENFRIE RAPIDAMENTE, AÑA- DA SUFICIENTE ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS PARA PRODUCIR 25 ml, MEZCLE. DETERMINE LA EXTINCION -- DE LAS SOLN. DE UNA CAPA DE 1 cm EN CELDAS CERRADAS A LA ABSORBIDAD MAXIMA DE LA SUSTANCIA. CALCULOS: DETERMINE EL CONTENIDO DE LA MUESTRA DE LA EXTINCION OBTENIDA POR MEDIO DEL P.R.

---

METODO "B"

ESPECTROFOTOMETRICO N.F. XIV pp 976

SOLUCIONES:(1) P.REFERENCIA DISUELVA EN ALCOHOL UNA CANTIDAD CONVENIENTE PARA OBTENER UNA CON- CENTRACION DE 10 mcg / ml, TRANSFIERA 20 ml DE ESTA SOLN. A UN FRASCO DE 50 ml CON TAPA DE VI- DRIO. (2) MUESTRA EN CADA MONOGRAFIA SE ESPECIFICARA LA CONCENTRACION, EL SOLVENTE SERA EL MISMO QUE EL UTILIZADO EN EL PATRON DE REFERENCIA, SE LLEVARAN A CABO LAS DILUCIONES NECESA- RIAS Y SE TRANSFERIRAN 20 ml DE LA ULTIMA DILUCION A UN FCO. CONICO DE 50 ml CON TAPA VIDRIO.

(3) BLANCO DEBERAN TOMARSE 20 ml DE ALCOHOL

PROCEDIMIENTO: SIGA EL MISMO QUE EL ENSAYO PARA ESTEROIDES CON AZUL DE TETRAZOLIO O SEA EL --

METODO " 2 BIS"

---

METODO "C" (U.S.P. XIX pp 124)

SOLN. AMORTIGUADORA A pH 9 CON MAGNESIO:

MEZCLE 3.1 g DE AC. BORICO Y 500 ml DE AGUA EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 1 LITRO, AÑADA 21 ml-- DE NaOH 1N, 10 ml DE CLORURO DE MAGNESIO 0.1 M, Y AFORE CON AGUA.

SOLN. DE FOSFATASA ALCALINA:

TRASPIERA 95  $\pm$  5 mg DE ENZIMA DE FOSFATASA ALCALINA A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 50 ml Y DISUELVA POR DILUCION CON LA SOLN. PREPARADA ANTERIORMENTE EN FORMA RECIENTE Y FRESCA.

PROCEDIMIENTO:

TOME UNA ALICUOTA DE 2 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. (P.R., MUESTRA Y BLANCO) Y LLEVELAS A MATRACES VOLUMETRICOS DE 100 ml, RESPECTIVAMENTE AÑADA 5 ml DE SOLN. DE FOSFATASA ALCALINA, INSERTE EL TAPON E INVIERTA PARA MEZCLAR Y DEJE EN POSICION VERTICAL DURANTE 45 min, A 37°. ADICIONE -- 50 ml DE CLORURO DE METILENO A CADA TUBO, INSERTE EL TAPON E INVIERTA VARIAS VECES, 30 seg c/u. DEJE REPOSAR UNOS 20 min, HASTA QUE SE SEPAREN LAS CAPAS, Y LA DE CLORURO DEBERA SER CLARA. DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LAS SOLN. DE CLORURO DE METILENO A 236 nm (USANDO COMO BLANCO-- CLORURO DE METILENO).

DE LA FORMULA EN LA MONOGRAFIA SE TIENE: 1.316 ES EL RADIO DEL PESO MOLECULAR DEL FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA Y DE LA DEXAMETASONA.

D = ES LA CANTIDAD EN mg DE LA DEXAMETASONA LIBRE EN LA MUESTRA.

PROCEDIMIENTO "2c": PESE CUIDADOSAMENTE 1 ml DE CADA UNA DE LAS SOLUCIONES (PATRON  $W_s$ , MUESTRA  $W_a$ ), BLANCO: CLORURO DE METILO EN MATRACES PREVIAMENTE TARADOS DE 100 ml, Y EL PRIMER BLANCO SERA PARA EL AJUSTE DEL APARATO. AGUA 1 ml SERVIRA COMO BLANCO, TRATELOS DE LA MANERA SIGUIENTE AÑADA 1 ml DE SOLN. DE FOSFATASA ALCALINA, 50 ml DE CLORURO DE METILENO E INSERTE LOS TAPONES, DEJE LOS FCS. A TEMP. AMB. POR 2 HRS. CON MOVIMIENTO DE AGITACION CADA 15 min. AÑADA 1 ml DE HCl DIL.(1:10) A CADA FCO SUAVEMENTE, AÑADA CLORURO DE METILENO A VOLUMEN, MEZCLE. RETIRE LA CAPA ACUOSA POR ASPIRACION, DETERMINE LAS ABS. A 239 nm.

CALCULE EL % =  $100(Au/As)(Cs/Ca) 0.895 (Wa/Ws)$

EN DONDE: 0.895 ES EL RADIO DEL PESO MOL. DE EL FOSFATO DE SODIO Y DE HIDROCORTISONA TRIETANOLAMINA.

PROCEDIMIENTO "3c" :

UNA ALICUOTA DE 1 ml DE LA MUESTRA EN UN TUBO VOLUMETRICO DE 100 ml, AÑADA 1 ml DE SOLN. FOSFATA ALCALINA Y 50 ml DE CLORURO DE METILENO, INSERTE EL TAPON Y DEJE EN POSICION VERTICAL CON AGITACION OCASIONAL DE CADA 15 min. DURANTE 2 HORAS, AFORE CON CLORURO DE METILENO Y DEJE EN POSICION VERTICAL DURANTE 20 min. HASTA QUE LA CAPA SEA CLARA. USANDO COMO BLANCO CLORURO DE METILENO. DETERMINE LAS ABS. A UN MAXIMO CERCANO A 241 nm.

CALCULE LA CANTIDAD EN mg = EN DONDE 1.344 SIGNIFICA EL RADIO DEL PESO MOL. DEL FOSFATO DE Na Y DE LA PREDNISOLONA.

---

METODO "4D" (U.S.P. XIX pp 200)

PROCEDIMIENTO:

TOME UNA ALICUOTA DE 10 ml DE LA MUESTRA Y OTRA DE 10 ml DE EL PATRON (BLANCO, 10 ml DE CLORF.) LLEVELO POR SEPARADO A MATRACES VOLUMETRICOS DE 25 ml, Y CADA FCO. TRATELO S:

AÑADA 1 ml DE SOLN. DE AZUL DE TETRAZOLIO EN METANOL (50mg/10ml) Y MEZCLE. ADICIONE ENSEGUIDA 1 ml DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO, MEZCLE PERFECTAMENTE Y DEJE EN REPOSO POR 10 min.

DILUYA CON UNA SOLN. 1 EN 100 DE AC. CLORHIDRICO DIL. (EN METANOL), A VOLUMEN.

DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LAS SOLN. A UNA ABS. MAX. DE 525 nm

CALCULE LA CANTIDAD DE LA MUESTRA POR mg =  $1.25 C (Au/As)$

PROCEDIMIENTO "2d":

A CADA FCO. CONTENIENDO LA MUESTRA, EL PATRON Y EL BLANCO (20 ml DE ALCOHOL), TRATELOS COMO SIGUE AÑADA 2 ml DE SOLN. AZUL DE TETRAZOLIO EN METANOL (50 mg / 10 ml), ADICIONE 4 ml DE UNA MEZCLA DE 1 VOL. DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO Y 9 VOL. DE ALCOHOL. MEZCLE Y DEJE POR 90 min. AÑADA 1 ml DE AC. ACETICO GLACIAL (AcH) Y SIGA EL PROCEDIMIENTO DEL METODO "2BIS" COMENZANDO CON: DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LAS SOLN..."



METODO "E" (U.S.P. XIX pp 210)

SOLN. AZUL DE TETRAZOLIO:

DISUELVA 75 mg DE AZUL DE TETRAZOLIO EN 50 ml DE UNA SOLN. 1 EN 10 DE AGUA Y ALCOHOL DEHIDRATADO, MEZCLE PERFECTAMENTE.

SOLN. DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO:

ESTA SOLN. 1 en 10 DILUYA 10 ml CON ALCOHOL DEHIDRATADO PARA HACER 50 ml Y MEZCLE.

PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA:

TRANSFIERA 10 mg (SECADOS A 105° DURANTE 4 Hrs.) A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml, DISUELVA CON ALCOHOL DEHIDRATADO, AFORE CON LO MISMO Y MEZCLE PERFECTAMENTE. TRANSFIERA 10 ml DE ESTA SOLN. A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 50 ml, DILUYA CON ALCOHOL DEHIDRATADO Y MEZCLE. DILUYA 10 ml DE ESTA SEGUNDA DILUCION A UN MATRAZ Y AFORE A 25 ml CON ALCOHOL DEHIDRATADO Y MEZCLE.

PREPARACION DE LA MUESTRA: SIGA EL PROCESO DEL P.R., PONIENDO MUESTRA EN LUGAR DEL PATRON.

PROCEDIMIENTO: TRANSFIERA 5 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. POR SEPARADO A MATRACES VOLUMETRICOS DE 10 ml Y USE 5 ml DE ALCOHOL DEHIDRATADO COMO SOLN. BLANCO, AÑADA 1 ml DE SOLN. AZUL DE TETRAZOLIO, MEZCLE Y LLEVE A UN BAÑO DE AGUA MANTENIENDOLE A TEMP. CTE, DE 40° CON MOVIMIENTOS SUAVE Y OCASIONAL, DESPUES DE 5 min, AÑADA 1 ml DE SOLN. DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO Y MEZCLE, RETIRE LOS FCOS. DEL AGUA A LOS 10 min. EXACTOS DE HABER ADICIONADO EL ULTIMO REACTIVO Y DEJE A LA TEMP. AMB. DURANTE 5 min. DESPUES DILUYA CON AcH (AC. ACETICO GLACIAL A VOL. Y MEZCLE. 5 min EXACTOS DESPUES DE AÑADIR EL ACIDO DETERMINE LAS ABS. Y CALCULE LA CANTIDAD DE MUESTRA.

---

METODO "F" (U.S.P. XIX pp 403)

SOLN. METANOL-ACIDO SULFURICO: PONGA 350 ml DE MeOH EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 500 ml, CONTENIDO EN UN BAÑO DE HIELO, AÑADA SUAVEMENTE Y CON PRECAUCION, CON AGITACION CONSTANTE Y SUAVE, 125 ml DE AC. SULFURICO, TENIENDO MUCHO CUIDADO DE QUE LA TEMP. NO SE ELEVE DE 15°, DEJE LA SOLN. A TEMP. AMB. UNOS 2 min. Y AFORE CON METANOL, MEZCLE.

PROCEDIMIENTO: Tome 2 ml DE MUESTRA, P.R. RESPECTIVAMENTE Y POR SEPARADO LLEVE A TUBOS DE ENSAYE DE 2.5x20 cm Y AÑADA 8 ml DE LA SOLN. ANTERIOR, MEZCLE. CONECTE A CADA TUBO UN CONDENSADOR

CONVENIENTE (APROXIMADAMENTE 6 X 460 mm) Y COLOQUE LOS ENSAMBLES, EN UN BAÑO DE AGUA MANTENIDO PARA UN CALENTAMIENTO ALTO (NOTA: SUMERGA LOS TUBOS EN EL BAÑO A TRES CUARTAS PARTES DE SU LONGITUD TOTAL, EVITANDO TOQUEN EL FONDO DEL BAÑO). AGITE LOS TUBOS CON FRECUENCIA Y PRECAUCION SIN RETIRARLOS DEL BAÑO, DEJELES EN EL MISMO DURANTE UNA HORA (AGITANDO DE VEZ EN VEZ) Y CUIDANDO QUE LAS ARTICULACIONES DEL ENSAMBLE NO HAYA FUGAS. RETIRE DEL BAÑO Y DEJE A TEMP. AMB. POR 15' TRANSFIERA EL CONTENIDO DE CADA TUBO A MATRAZ VOLUMETRICO DE 25 ml Y AFORE CON LA SOLN. DE METANOL - SULFURICO. DETERMINE LAS ABSORBANCIAS A 550 nm. CALCULE LA CANTIDAD DE LA MUESTRA:  $mg = 0.1 C (Au/As)$

---

METODO "G" (U.S.P. XIX pp 514)

NOTA: PARA ESTE METODO SE USARA MATERIAL BAJO ACTINICO Y ALCOHOL DESTILADO EN MATERIAL VIDRIO.

PLACAS CROMATOGRAFICAS: PREPARE UNA SUSPENSION DE 30 g DE SILICA GEL, CONTENIENDO UN INDICADOR FLUORESCENTE Y POR ADICION GRADUAL SULFATO DE CALCIO, CON 65 ml DE UNA MEZCLA DE 5 VOL. DE AGUA Y 2 VOL. DE ALCOHOL, CUBRA LAS PLACAS CON LA SUSPENSION Y DEJE SECAR A TEMP. AMB. POR 30 min. CALIENTE LAS PLACAS A 105° POR UNA HORA, DEJE EN EL DESECADOR HASTA SU USO.

SOLVENTE DE DESARROLLO: MEZCLE 93 ml DE CLORURO DE METILENO CON 7 ml DE METANOL... MEZCLA "A" 50 ml DE CICLOHEXANO, 50 ml DE DIOXANO, 10 ml DE AGUA, EN EMBUDO DE SEPARACION, AGITE LA MEZCLA Y DEJE SEPARAR LAS CAPAS ... MEZCLA "B"

MEZCLE AHORA 75 ml DE LA MEZCLA "A" Y 75 ml DE LA MEZCLA "B"

CAMARA CROMATOGRAFICA: ALINEADA CON PAPEL ABSORBENTE CONVENIENTE, CON 150 ml DEL SOLV. DE DESARROLLO, DEJE EQUILIBRAR DURANTE TREINTA MINUTOS.

PREPARACION DEL P.R.: EL MISMO DIA QUE SE USE: 25mg (DEBE SECAR AL VACIO A 60° POR 4 HORAS), EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 10 ml, AÑADA 2 ml DE ACET. Y AGITE, AÑADA 5 ml DE CLORF. AGITE A DISOLN COMPLETA Y AFORE FINALMENTE CON CLOROFORMO.

PREPARACION DE LA MUESTRA: EN FORMA SIMILAR AL P.R., OMITIENDO EL SECADO, USANDO MUESTRA EN LUGAR DEL PATRON DE REFERENCIA.

PROCEDIMIENTO: APLIQUE 100 mc1 DE CADA UNA DE LAS SOLN. A LA SECCION APROPIADA DE LA PLACA, SE QUE CON LA AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE FRIO. SE DESARROLLA LA PLACA HASTA QUE EL SOLVENTE HAYA RECORRIDO 15 cm DE LA LONGITUD TOTAL. RETIRE LA PLACA Y LOCALICE LAS BANDAS, MARQUELAS Y SE EXAMINARAN BAJO LUZ UV. DE ONDA CORTA, RETIRE LA SILICA GEL DE CADA BANDA Y CONVENIENTEMENTE -- MEDIDAS LLEVELAS POR SEPARADO A FCOS. DE 50 ml Y ADICIONE 25 ml DE ALCCHOL, INSERTE EL TAPON Y AGITE POR 30 min. TRANSFERA UNA PORCION DE LA SOLN. A UN TUBO DE CENTRIFUGA Y CENTRIFUGE POR 5 min. ELIMINE LA PARTE CLARA. DETERMINE LAS ABSORBANCIAS A 238 nm, CALCULE LA CANTIDAD MUESTRA

METODO "H" (U.S.P. XIX pp 517)

FASE MOVIL: UNA SOLN. DE ISOPROPILICO Y DICLOROETANO (ARRIBA DEL 5% v/v), EL TIEMPO DE RETENCION DE LA TRIAMCINOLONA HEXACETONIDA ES CERCANO A 2.5 o 3 min. CUANDO SE OPERA EL CROMATOGRAMA A TEMP. AMB.

PREPARACION DEL PATRON: TRANSFERA 10 mg (SECADOS AL VACIO 60° POR 4hr) A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100ml Y AÑADA 50 ml DE FASE MOVIL Y AGITE SI ES NECESARIO, SOBRE UN AGITADOR MECANICO HASTA DISOLN. COMPLETA, AFORE CON FASE O SOLVENTE MOVIL, MEZCLE.

PREPARACION DE LA MUESTRA: SIGA EL PATRON DE REFERENCIA, OMITIENDO EL SECADO.

PROCEDIMIENTO: INTRODUSCA VOLUMENES IGUALES (ENTRE 4 y 20 mc1) DE LAS SOLN. A UN CROMATOGRAFO DE ALTA PRESION LIQUIDO (VER pp 636 U.S.P. XIX) ABS. MAX. 254 nm. MIDA LA ALTURA DE LOS PICOS Y LOS TIEMPOS DE RETENCION IDENTICOS OBTENIDOS CON LAS SOLN. Y CALCULE LA CANTIDAD EN mg DE LA MUESTRA TOMADA POR LA FORMULA:  $mg = 100 C(H_u/H_s)$  DONDE  $H_u$  y  $H_s$  SON LOS PICOS(ALTURA)

METODO "I" (N.F. XIV pp 288)

PROCEDIMIENTO: TRANSFERA 5 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. A FCOS. CONICOS DE 50 ml, EVAPORE A SE QUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, A CADA MATRAZ AÑADA 15 ml SOLN. (250 mg ISONIAZIDA, 300 mc1 HCl EN 500 ml DE METANOL) MEZCLE. PONGA LOS FCOS. EN BAÑO A 40° POR UNA HORA, ENFRIE A TEMP. AMB. Y -- DETERMINE LAS ABSORBANCIAS A UN MAXIMO CERCANO A 410 nm.

CALCULE LA CANTIDAD DE LA MUESTRA POR:  $mg = 5 C (A_u / A_s)$

METODO "J" (NF. 327)

SOLN. PATRON INTERNA.- ACETATO DE MEDROXIPROGESTERONA P.R. EN ACETONITRILLO CONTENIENDO 400mcg/ml SOLVENTE MOVIL.- SOLN.METANOL EN AGUA (1:4) LOS TIEMPOS DE RETENCION DE LA SOLN.ANTERIOR Y DE EL CIPIONATO DE HIDROCORTISONA SON CERCANOS A 5 y 19 min. RESPECTIVAMENTE.

PREPARACION DEL PATRON.- 1 mg / ml DE PATRON EN EL SOLVENTE MOVIL.

PREPARACION DE LA MUESTRA: 25 mg A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 25 ml DISUELVA Y AFORE CON SOLVENTE MOVIL,MEZCLE.

PROCEDIMIENTO.- EL DEL METODO "H" ABSORCION A 254 nm. APLICANDO DE 1 a 6 mcl. MIDA LAS AREAS DE LOS PICOS ,CALCULE EL RADIO PATRON .:  $R_s = A_1 / A_2$  DE DONDE  $A_1$  y  $A_2$  AREAS DE CIPIONATO DE HIDRO CORTISONA Y PATRON INTERNO EN LA PREPARACION DEL PATRON,RESPECTIVAMENTE.

EN FORMA SIMILAR MIDA LAS DE LA PREPARACION DE MUESTRA RECORDANDO LOS VALORES RESPECTIVOS COMO  $a_1$  y  $a_2$  Y CON ELLO CALCULE EL RADIO :  $R_u = a_1 / a_2$

CALCULE LA CANTIDAD DE mg EN LA MUESTRA TOMADA POR MEDIO DE  $mg = 25 C(R_u / R_s)$

---

METODO "K" (NF. 531)

REACTIVO ISONIAZIDA: DISUELVA 250 mg DE ISONIAZIDA EN 300 ml DE METANOL,SUAVEMENTE AÑADA 500 mcl DE HCl Y DILUYA A 500 ml CON MeOH. MEZCLE.

PREPARACION DEL PATRON.-TRANSFIERA 20 mg A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml,AFORE CON MeOH,MEZCLE.

PREPARACION DE MUESTRA.- 20 mg A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml Y AFORE CON METANOL,MEZCLE,

PROCEDIMIENTO.- 2 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. A MATRACES VOLUMETRICOS DE 25 ml. (BLANCO:METANOL) AÑADA 10 ml DE REACTIVO ISONIAZIDA Y CALIENTE EN BANO DE AGUA (53 - 57°) POR 45 min.AGITE OCASION ENFRIE Y DILEYA CADA FRASCO CON METANOL A VOLUMEN DEJE REPOSAR POR 5 min EXACTOS Y DETERMINE LAS ABSORBANCIAS DE LA SOLN. A 405 nm. CALCULE LA CANTIDAD  $mg = 0.1C(A_u/A_s)$

---

| E N S A Y O D E V A L O R A C I O N |                                                                                                      |                                                                                           |                                                                                                                                            |
|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| No                                  | PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA (P.R.)                                                          | PREPARACION DE LA SOLN. MUESTRA                                                           | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                                                                   |
| 2                                   | BECLOROMETASONA DIPROPIONA TO. SIGA EL METODO "A".                                                   | SIGA EL METODO "A"                                                                        | SIGA EL METODO "A", LEER ABS. MAX.: 485 nm                                                                                                 |
| 3                                   | BETAMETASONA: METODO "B"                                                                             | 100 mg / 200 ml de ALCOHOL, LLEVE A 1 MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON ALCOHOL SIGA METODO "B" | SIGA EL METODO "B": EXCEPTO MANTENER LOS FCOS. EN UN BAÑO DE AGUA (45°) CTE. POR 90' AÑADA 1 ml ACIDO ACETICO GLACIAL. mg = 10 C(Au/As)    |
| 4                                   | BETAMETASONA ACETATO ----- EXCEPTO: 20mcg/ml, TRANSFER 20 ml A UN MATRAZ DE 50 ml.                   | SIGA EL ANTERIOR                                                                          | SIGA EL METODO "B": EXCEPTO MANTENER LOS FCOS. EN BAÑO DE AGUA (50°) CTE. POR 90 min AÑADA 1 ml DE AcH. mg = 5C(Au/As)                     |
| 7                                   | BETAMETASONA FOSFATO DE Na 20 mcg / ml (agua)                                                        | 50 mg/250 ml (agua) DILUCION 10 en 100                                                    | DETERMINE ABS. MAX. A 241 nm. mg = 2.5C(Au/As)                                                                                             |
| 7                                   | BETAMETASONA FOSFATO DE Na                                                                           | 0.2 g/200 ml (agua)                                                                       | MIDA LA EXTINCION DE LAS SOLN. A UN MAX. DE 241 nm. CALCULE TOMANDO E = 297 COMO VALOR, Y OBTENER EL CONTENIDO DE LA MUESTRA.              |
| 8                                   | BETAMETASONA VALERATO: SIGA METODO "B" EXCEPTO: PREPARE UNA SOLN. EN ALC. 20 mcg/ml TRANSFER 20 ml A | 50mg/100ml (ALC.) TRANSFER 4ml, A 1 MATRAZ DE 100 ml, AFORE. 20ml a 50 ml.                | SIGA EL DEL METODO "B" EXCEPTO: MANTENER LOS FCOS. EN BAÑO DE AGUA (45°) POR 90 min. AÑADA 1 ml DE ACIDO ACETICO GLACIAL. mg = 10 C(Au/As) |
| 8                                   | BETAMETASONA VALERATO: "A"                                                                           | SIGA EL METODO "A"                                                                        | SIGA EL METODO "A".                                                                                                                        |

| No | PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA (P.R.)                                                                                                       | PREPARACION DE LA SOLN. DE MUESTRA                                                                | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                                                                                                                         |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 14 | CORTISONA ACETATO:SIGA EL METODO DOS.                                                                                                             | 100 mg/50 ml DE UNA MEZCLA DE CLORFORMO Y ALCOHOL (1:1)                                           | SIGA LA DEL METODO DOS, EXCEPTO: DEJE EN REPOSO 45 min, PARA DESARROLLAR COLOR. USE SOLV. B <sub>2</sub> mg=0.05C(Au/As)                                                                         |
| 19 | DEXAMETASONA:SIGA METODO DOS.                                                                                                                     | IGUAL AL ANTERIOR                                                                                 | SIGA EL METODO DOS, SOLV. A <sub>2</sub> mg=0.05 C(Au/As)                                                                                                                                        |
| 22 | DEXAMETASONA FOSFATO DE SODIO.90 mg/5 ml NaOH - DIL.(1:250).DILUYA CON AGUA A 250 ml Y MEZCLE.                                                    | 100 mg /250 ml(agua)                                                                              | SIGA EL METODO "C" mg=0.273 C(Au/As) - 1.316 D                                                                                                                                                   |
| 27 | FLUDROCORTISONA ACETATO 25 mg(SECO A 100°POR 2 hrs.) SOBRE PERCLORATO DE Mg. DILUYA EN 250 ml CLORF. 10 ml A UN MATRAZ DE 50 ml, AFORE CON CLORF. | IGUAL AL PATRON DE REFERENCIA.                                                                    | SIGA EL METODO DOS. LEER A 525 nm mg = 1.25C (Au/As)                                                                                                                                             |
| 27 | FLUDROCORTISONA ACETATO SIGA EL METODO "A"                                                                                                        | ENTRE 440 y 460 mcg/ 10 ml.METODO "A"                                                             | DEJE DESARROLLAR EL COLOR POR UNA HR. A 30°, PARA CONTINUAR CON EL METODO "A"                                                                                                                    |
| 31 | FLUMETASONA PIVALATO DE. 20 mcg/ml EN ALCOHOL, LLEVE 10 ml A UN MATRAZ DE 20 ml.VOLUMETRICO.                                                      | 20 mg/100 ml (ALC.) TRANSFIERA 10 ml A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE TOME 10ml A UN MATRAZ DE 20 ml. | A CADA FCO. AÑADA 1 ml DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO, DEJE REPOSAR 20 min. AÑADA 1 ml DE AZUL DE TETRAZOLIO, DEJE REPOSAR POR 40 min.EXACTOS, AÑADA 1 ml DE AC. ACETICO GLACIAL. ABS.MAX.:520 |

| No | PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA.                         | PREPARACION DE LA SOLN. DE MUESTRA                                                       | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                                                                                                                      |
|----|---------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 32 | FLUOCINOLON ACETONIDA DE entre 300 y 350 mcg/10ml             | Entre 300 y 350 mcg/10ml                                                                 | Deje desarrollar el color por 1Hr. a 30° continúe con el METODO "A" %                                                                                                                         |
| 32 | FLUOCINOLON ACETONIDA DE 8mg/ml en CHCl <sub>3</sub> :ALCOHOL | 80 mg(SECADO 105° por 3hr) en 10 ml de CHCl <sub>3</sub> :ALCOHOL y 1 vol. metanol)      | Desarrolle en un solvente (19 vol.CHCl <sub>3</sub> y 1 vol. metanol) Siga METODO DOS:"Centrifuge los tubos por 5 min," Vol. aplicación 50 mcl. Determine Abs.: 238 nm<br>mg = 10 C (Au / As) |
| 36 | FLUOCORTOLONA HEXANOATO Igual a la muestra.                   | 15 mg / 100 ml (METANOL) Diluya 10 ml a 100 ml en METANOL.                               | Mida la extinción de las soluciones a un máximo de Absorbancia de 241 nm. Calcule el contenido tomando $E_{1cm}^{1\%} = 340$                                                                  |
| 37 | FLUOCORTOLONA PIVALATO Use el metodo de la soln de muestra.   | 15mg/100ml(ALC.DEHIDR.) Diluya 10 ml a 100 ml en Alcohol deshidratado.                   | Mida la extinción de las soluciones a un máximo de absorbancia de 242 nm. Calcule el contenido tomando la $E_{1cm}^{1\%} = 350$                                                               |
| 38 | FLUOROMETALONA 20mcg/ml diluidos en ALCOHOL.                  | 100mg/200 ml (ALCOHOL) Transfiera 10 ml a matraz de 250 ml y afore con - ALCOHOL,mezcle. | SIGA EL PROCEDIMIENTO "I" <span style="float: right;">288df</span>                                                                                                                            |
| 43 | FLURANDRENOLIDA METODO "E"                                    | Siga el mismo que METODO "E"                                                             | Siga el del METODO"E" :Abs.; 520 nm<br>mg = 1.25 C (Au / As)                                                                                                                                  |
| 48 | HIDROCORTISONA Siga el de METODO DOS                          | 100 mg/50 ml (CHCl <sub>3</sub> -ALC.)                                                   | Siga el del METODO DOS,SOLVENTE A <sub>2</sub><br>mg = 0.05 C(Au / As)                                                                                                                        |
| 49 | HIDROCORTISONA ACETATO Siga el del METODO DOS                 | IDENTICO                                                                                 | Siga el de METODO DOS,SOLVENTE B <sub>2</sub><br>mg = 0.05 C(Au / As)                                                                                                                         |

| No | PREPARACION DE PATRON DE REFERENCIA.                                                                                                                                     | PREPARACION DE LA SOLN. DE LA MUESTRA                                                                                        | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                                                             |
|----|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 51 | HIDROCORTISONA CIPIONATO                                                                                                                                                 | Siga el del METODO "J"                                                                                                       | Siga el del METODO "J"                                                                                                               |
| 52 | HIDROCORTISONA FOSFATO SODICO DE. 50 mg (SECADO A 50°) USAR COMO PATRON FOSFATO TRIETILAMONIO de HIDROCORTISONA, disolver en Agua libre de dióxido de carbono ( 25 ml ). | 2 ml de la preparación de prueba, lleve a matraz de 100 ml (TARADO) y diluya con agua libre de dióxido de carbono a volumen. | Siga el procedimiento del METODO "C" denominado "2" <sub>c</sub>                                                                     |
| 53 | HIDROCORTISONA HIDROGEN SUCCINATO.                                                                                                                                       | 15 mg / 100 ml (ALC.DEH.) Diluya 5 ml en 50 ml de ALCOHOL DEHIDRATADO.                                                       | MIDA LA ABSORBANCIA MAXIMA A 240 nm<br>Calcule el contenido con la $E_{1cm}^{1\%} = 345$                                             |
| 54 | HIDROCORTISONA SUCCINATO DE SODIO.                                                                                                                                       | 10 mg / 100 ml (AGUA) Diluya 5 ml en 50 ml de AGUA.                                                                          | Mida la extinción de las soluciones a un máximo de absorbancia de 248 nm.<br>Calcule el contenido con el valor $E_{1cm}^{1\%} = 336$ |
| 57 | MEPREDNISONA<br>Siga el metodo "B"                                                                                                                                       | 100 mg / 200 ml de ALCOHOL...Siga METODO "B" .                                                                               | Siga el del METODO "B"<br>mg = 10 C (Au / As)                                                                                        |
| 59 | METILPREDNISOLONA<br>Siga el del METODO "B"                                                                                                                              | Siga el del METODO "B"                                                                                                       | Siga el del METODO "B"<br>mg = 10 C (Au / As)                                                                                        |
| 59 | METILPREDNISOLONA<br>Siga el del METODO "A"                                                                                                                              | Entre 390 y 410 mcg/10ml<br>Siga el del METODO "A"                                                                           | Siga el del METODO "A"                                                                                                               |



| No | PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA (P.R.)                                                                                                                                   | PREPARACION DE LA SOLN. DE MUESTRA                                                                                          | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                                                      |
|----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 60 | METILPREDNISOLONA ACETATO<br>SIGA EL DEL METODO DOS Bis                                                                                                                       | 100 mg/200 ml(ALC.)<br>ALICUOTA 5 ml, A UN<br>MATRAZ DE 250 ml, AFO<br>RE CON ALC., TOME 20 ml<br>Y LLEVELOS A MATRAZ 50.ml | SIGA EL MISMO QUE EL METODO:<br>2 BIS.<br>mg=10 C(Au/As)                                                                      |
| 63 | METILPREDNISOLONA SUCCINA<br>TO SODICO. USE COMO PATRON<br>EL HEMISSUCCINATO 12.5mcg/<br>ml Y SIGA METODO 2 BIS                                                               | 100 mg/200 ml(ALC.).<br>5 ml, A MATRAZ DE 200 ml<br>AFORE CON ALC. TOME 20 ml<br>A UN MATRAZ CONICO 50 ml.                  | SIGA EL METODO "2BIS" COMENZANDO<br>CON EL DENOMINADO PROCEDIMIENTO 2d<br>DETERMINE LA ABS.MAX.: 525 nm<br>mg = 873 C(Au /As) |
| 64 | PARAMETASONA ACETATO                                                                                                                                                          | SIGA EL METODO "K"                                                                                                          | SIGA EL METODO "K"                                                                                                            |
| 65 | PREDNISOLONA:METODO DOS                                                                                                                                                       | 100mg/50 ml(ALCOHOL)                                                                                                        | SIGA METODO DOS, SOLV. A <sub>2</sub>                                                                                         |
| 66 | PREDNISOLONA ACETATO DE<br>METODO DOS.                                                                                                                                        | 100mg/50 ml EN MEZCLA DE<br>CLORFORMO - ALCOHOL                                                                             | SIGA METODO DOS, SOLV. B <sub>2</sub><br>mg = 0.05 C (Au / As)                                                                |
| 67 | PREDNISOLONA BUTILACETATO<br>O TEBUTATO. EN METANOL 300<br>mcg / ml.                                                                                                          | 30 mg / 100 ml (MeOH)                                                                                                       | SIGA EL METODO "F"                                                                                                            |
| 70 | PREDNISOLONA: CONCENT. 16<br>mcg/ml (CLORURO DE METILO)<br>ALICUOTA 100 ml A TUBO DE<br>100 ml, AÑADA SOLN. FOSFATA<br>SA ALCALINA, 1 ml AGUA. DEJE<br>REPOSAR POR DOS HORAS. | 10 mg / 50 ml DE AGUA                                                                                                       | SIGA EL PROCEDIMIENTO " 3 c"<br>mg = 1.344)(5C)(Au/As) - P                                                                    |

| No | PREPARACION DEL PATRON DE REFERENCIA                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | PREPARACION DE LA MUESTRA                                | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                                                                            |
|----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 70 | PREDNISOLONA FOSFATO SODICO                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 0.15 g/200 ml (AGUA)<br>DILUYA 5 ml EN 250 ml DE AGUA.   | MIDA LA EXTINCION DE LAS SOLN A UNA ABS. MAX. 247 nm.<br>CALCULE CON EL VALOR $E_{1cm}^{1\%} = 312$ |
| 74 | PREDNISOLONA PIVALATO DE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 15 mg/100 ml (ALCOHOL DEHIDRATADO.)<br>DILUYA 5 ml/50 ml | MIDA LA EXTINCION DE LAS SOLN A UNA ABS. MAX. 240 nm.<br>CALCULE CON $E_{1cm}^{1\%} = 337$          |
| 75 | <p>PREDNISOLONA SUCCINATO:</p> <p>DISUELVA 1 g DE SUCCINATO DE PREDNISOLONA EN 250 ml DE ALCOHOL,PREVIAMENTE AJUSTADA CON HIDROXIDO DE SODIO 0.1 N A UN pH DE 10.5. TITULE CON HIDROXIDO, DETERMINANDO EL PUNTO FINAL POTENCIOMETRICAMENTE Y MANTENIENDO UNA ATMOSFERA DE NIT-OGENO SOBRE LA SOLN. A TRAVES DE TODA LA TITULACION. CADA ml DE HIDROXIDO DE SODIO EQUIVALE A 46.05 mg DE SUCCINATO</p> |                                                          |                                                                                                     |
| 82 | <p>TRIAMCINOLONA ACETONIDA</p> <p>25 mg (SECADA AL VACIO A 60° DURANTE 4 HORAS )</p> <p>DISOLVER EN 10 ml.....</p>                                                                                                                                                                                                                                                                                    | <p>SIGA EL PROCESO DEL PATRON, OMITIENDO EL SECADO.</p>  | <p>SIGA EL METODO "G"</p>                                                                           |

| No | PREPARACION DE PATRON DE REFERENCIA                                     | PREPARACION DE LA SOLN. DE MUESTRA                                                                                                   | PROCEDIMIENTO Y CALCULOS                         |
|----|-------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| 83 | TRIAMCINOLONA DIACETATO<br>Siga el del METODO "B"                       | Siga el METODO "B"                                                                                                                   | Siga el del METODO "B"<br>mg = 10 C (Au / As)    |
| 85 | TRIAMCINOLONA HEXACETO<br>NIDA. Siga el del :<br>METODO "H"             | Siga el del METODO "H"                                                                                                               | SIGA EL DEL METODO "H"                           |
| 88 | DESOXCORTICOSTERONA/<br>ACETATO DE<br><br>Siga el del METODO<br>"2 BIS" | 100 mg/200 ml (ALCOHOL)<br>Alicuota 5 ml a matraz de<br>250 ml y afore con ALCOHOL<br>Alicuota de 20 ml y lleve<br>a matraz de 50 ml | Siga el del METODO "2Bis"<br>mg = 10 C (Au / As) |
| 90 | 50 mg/ml en ALCOHOL<br>Siga METODO "B"                                  | 100mg/200ml en (ALCOHOL)<br>Transfiera 25 ml a un ma-<br>traz volumetrico 250 ml<br>afore con alcohol...Siga<br>el del METODO "B"    | Siga el del METODO "B"<br>mg = 2 C (Au / As)     |

PRUEBAS DE IDENTIFICACION

No

2 BECLOROMETASONA DIPROPIONATO : SE QUEMARON 25 mg POR EL METODO DE FRASCO DE OXIGENO(BPpA93)

I:USANDO UNA MEZCLA DE 20 Vol. DE AGUA Y 1 Vol. DE NaOH COMO LIQUIDO DE ABSORCION,PRODUCIENDO LA REACCION CARACTERISTICA "B" DE LOS CLORUROS (LOS CUALES SON TRATADOS CON SOLN. DE NITRATO DE PLATA,PRODUCIENDO UN Pp BLANCO ESPESO,INSOLUBLE EN AC. NITRICO,PERO QUE SE SOLUBILIZA AL SER LAVADO PERFECTAMENTE CON AGUA,EN UNA SOLN. DIL. DE AMONIO,LA CUAL REPP.POR AC: NITRICO"

II.-LLEVA A CABO LA REACCION DE GRUPOS ACETIL(BP.pag.A70) AL UNIR LOS LIQUIDOS DA COLOR AZUL.

7 BETAMETASONA FOSFATO SODICO DE:

I:A 2 ml DE UNA SOLN. 0.013 % w/v EN ALCOHOL(95%) AÑADA 10 ml DE SOLN. DE FENILHIDRAZINA EN UN TUBO CON TAPON,MEZCLE Y PONGA EN BAÑO DE AGUA (60°) POR 20 min.ENFRIE DE INMEDIATO LA EXTINCION DE LA SOLN. RESULTANTE A UN MAXIMO DE ABSORBANCIA 450 nm,ES NO MAS DE UN 0.13.

II:DISUELVA 2 mg EN 2 ml DE AC. SULFURICO Y DEJE REPOSAR 5 min. SE PRODUCE UN COLOR ROJO

III:CALIENTE UNA MEZCLA DE 0.5ml DE CROMICO-AC.SULFURICO EN UN TUBO DE ENSAYE EN BAÑO DE AGUA POR 5 min.LA SOLN. A LOS LADOS DEL TUBO NO LA HUMEDECEN SIENDO AHI NO GRASA,AÑADA 2o3mg MUESTRA Y CALIENTE EN BAÑO DE AGUA POR 5 min.LA SOLN. A LOS LADOS DEL TUBO NO SE DESPRENDE FACILMENTE.

IV :CALIENTE SUAVEMENTE 40 mg CON 2 ml DE AC. SULFURICO HASTA QUE APARESCA HUMO BLANCO,AÑADA GOTAS DE AC. NITRICO HASTA OXIBACION COMPLETA,Y ENFRIE.AÑADA 2 ml DE AGUA,CALIENTE HASTA HUMO BLANCO ENFRIE Y AÑADA 10 ml DE AGUA Y NEUTRALICE CON PAPEL LITMUS CON SOLN. AMONIO DIL.LA SOLN. RESULTANTE DA REACCIONES A y C CARACTERISTICAS DE SODIO(BP.pag A73) Y REACCION C DE FOSFATOS(A72)

8 BETAMETASONA VALERATO DE :

I:CALIENTE 50 mg CON 2 ml KOH ALC. 0.5N EN BAÑO DE AGUA POR 5 min.ENFRIE Y AÑADA 2 ml DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (50% v/v)Y CALIENTE SUAVEMENTE POR 1 min.SE DESARROLLA UN OLOR A ETL ACETATO.

II: SIGUE LA PRUEBA I DEL FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA CON UN 0.01% ,ABS.=450nm NOMAS DE 0.25

III: SIGUE LA PRUEBA III DEL FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA.

14 CORTISONA ACETATO DE

I:SIGUE LA PRUEBA II DEL FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA SE PRODUCE COLOR AMARILLO Y AL AÑADIR

10 ml de AGUA LA SOLUCION SE TORNA CLARA.

II: 50 mg CONTENIDOS EN UN TUBO DE ENSAYE ADICIONE 2 ml DE ALCOHOL Y 2 ml DE ACIDO SULFURICO DIL.(1 EN 3.5) CALIENTE SUAVEMENTE POR 1 min.PERCIBE UN OLOR A ETIL ACETATO.

27 FLUDROCORTISONA ACETATO DE

I: CUMPLE CON LA PRUEBA III DEL (7) Y CON LA II DEL (2)

36 FLUCORTALONA HEXANOATO DE

I: A 1 mg AÑADA 2 ml DE UNA SOLN.(3VOL. DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Y 2 VOL. DE AC. ACETICO GLACIAL) CALIENTE POR 1 min. EN BAÑO DE AGUA Y PRODUCE UN COLOR ROJO,AÑADA 5 ml DE AGUA,CAMBIA A ROJOVIOLETA

II: CUMPLE LA PRUEBA III DEL (7)

III: CALIENTE 50 mg CON 2 ml DE KOH·ALC. 0.5 N EN UN BAÑO DE AGUA POR 5 min. AÑADA 3 ml DE AGUA EVAPORE EL ALCOHOL,AÑADA 2 ml DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(50 % v/v) CALIENTE EN BAÑO DE AGUA Y DESARROLLA UN OLOR PERCEPTIBLE A HEXANOICO.

37 FLUCORTALONA PIVALATO DE

I: CUMPLE CON LA PRUEBA I DEL (36)

II: CUMPLE CON LA PRUEBA III DEL (7)

III: CUMPLE CON LA III DEL (36) FINALIZANDO CON " EXTRAIGA CON 5 ml DE ETER SOLVENTE Y EVAPORE EL ETER; DESARROLLANDOSE UN OLOR A ACIDO PIVALICO.

53 HIDROCORTISONA HIDROGEN SUCCINATO

I: SUAVEMENTE CALIENTE 25 mg CON 10 ml DE HCl DIL. POR 10 min.EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE BAÑO DE AGUA,AÑADA 5 ml DE SOLN. DIL. DE AMONIO,EVAPORE A SEQUEDAD Y SEQUE A 100° POR 30 min. MEZCLE EL RESIDUO CON 2.5 g DE POLVO DE Zn,LLEVE A UN TUBO DE ENSAYE CAMBIA DE ROJO A CAFE ROJIZO.

54 HIDROCORTISONA SUCCINATO SODICO DE

I: CUMPLE CON LA PRUEBA I DEL (53)

II: DA LA REACCION CARACTERISTICA DEL SODIO ( B.P. pag. A73)

60 METILPREDNISOLONA ACETATO DE

I: CUMPLE CON LA PRUEBA I DEL (8)

II: DISUELVA 5 mg EN 2 ml DE AC. SULFURICO Y SE PRODUCE UN COLOR ROJO SUAVE.

65 PREDNISOLONA:

I: DISUELVA 2 mg EN 2 ml DE  $H_2SO_4$  DEJE REPOSAR POR 5 min. UN INTENSO COLOR ROJO SE PRODUCE, LIBRE DE FLUORESCENCIA, DILUYA LA SOLUCION CON 10 ml DE AGUA EL COLOR SE DISPERSA Y SE FORMA UN Pp.

66 PREDNISOLONA ACETATO DE :

I: CUMPLE CON LA PRUEBA I DEL (8).

II: CUMPLE CON LA PRUEBA I DEL (65)

70 PREDNISOLONA FOSFATO SODICO DE:

I: CUMPLE CON LA PRUEBA II DEL (7) EL COLOR ES ROJO DIFERENTE

II: CUMPLE CON LA IV DEL (7)

76 PREDNISONA

I: DISUELVA CERCA DE 6 mg EN 2 ml DE AC. SULFURICO Y DEJE REPOSAR POR 5 min. SE PRODUCE UN COLOR NARANJA, AÑADIENDO 10 ml DE AGUA CAMBIA A AMARILLO Y GRADUALMENTE A VERDE AZULOSO.

| FORMAS FARMACEUTICAS |                    |                |            |                                |                              |                                                 |
|----------------------|--------------------|----------------|------------|--------------------------------|------------------------------|-------------------------------------------------|
| No                   | FORMA FARMACEUTICA | CONTENIDO<br>% | APLICACION | DOSIS DIVIDIDAS<br>DIARIAMENTE | RANGO USUAL                  | FORMA CONVENIENTE<br>CANT. ENVASE               |
| 8                    | AEROSOL            | 95 - 115       | TOPICA     | 1 a 3 veces                    |                              | 0.15% de 85 g                                   |
| 19                   | AEROSOL            | 90 - 110       | TOPICA     | 3 o 4 veces                    |                              | 10 mg de 90 g                                   |
| 82                   | AEROSOL            | 90 - 115       | TOPICA     | 1 a 3 veces                    |                              | 3.3mg de 30g<br>3.3mg de 50 g<br>66mcg/g---450g |
| 3                    | CREMA              | 90 - 115       | TOPICA     | 3 a 4 veces                    |                              | 0.2 %                                           |
| 8                    | CREMA              | 95 - 115       | TOPICA     | 3 a 4 veces                    |                              | 0.01 a 0.1%                                     |
| 22                   | CREMA              | 90 - 115       | TOPICA     | 3 o 4 veces                    |                              | 0.1 %                                           |
| 31                   | CREMA              | 90 - 110       | TOPICA     | 3 a 4 veces                    |                              | 0.03 %                                          |
| 32                   | CREMA              | 90 - 110       | TOPICA     | 2 a 4 veces                    |                              | 0.01, 0.025, 0.2%                               |
| 38                   | CREMA              | 90 - 110       | TOPICA     | 2 a 4 veces                    |                              | 0.025 %                                         |
| 43                   | CREMA              | 90 - 110       | TOPICA     | 2 a 3 veces                    |                              | 0.025, 0.05%                                    |
| 48                   | CREMA              | 90 - 119       | TOPICA     | 2 a 4 veces                    |                              | 0.125, 0.25, 0.5 %                              |
| 82                   | CREMA              | 90 - 110       | TOPICA     | 2 a 4 veces                    |                              | 1, 2 y 2.5%<br>0.025, 0.05%                     |
| 19                   | ELIXIR             | 90 - 110       | V.O.       | 500mcg a 2.5g                  | 500mcg a 15mg                | 500 mcg por 5 ml                                |
| 48                   | ENEMA              | 90 - 110       | RECTAL     | 100 mg / día                   | 300 a 700 mg<br>semanalmente | 100 mg por 60 ml                                |
| 60                   | ENEMA              | 90 - 110       | RECTAL     | 40mg(3 a 7)<br>semanalmente    | 120 a 280 mg                 | 40 mg                                           |

| No | FORMA FARMACEUTICA | CONTENIDO | VIA APLICACION  | pH        | RANGO USUAL    | FORMA CONVENIENTE    |
|----|--------------------|-----------|-----------------|-----------|----------------|----------------------|
| 65 | ENEMA              | 90 - 115  | RECTAL          |           | 20 mg (SEM.)   | 20 mg ...100 ml      |
| 3  | GOTAS OTICAS       | 90 - 115  | OTICA           |           | 0.5,1.5 ml     | 0.5 y 1.4 %          |
| 48 | GOTAS OTICAS       | 90 - 110  | OTICA           |           |                |                      |
| 48 | " y NEOMICINA      | 90 - 110  | OTICA           |           |                |                      |
| 65 | GOTAS OTICAS       | 90 - 115  | OTICA           |           |                |                      |
| 4  | GOTAS OFTALMICAS   | 90 - 115  | TOPICA(CONJUNT. | 6 - 8     | 0.5 a 0.1 ml   | 0.5 a 0.1 %          |
| 19 | GOTAS OFTALMICAS   | 90 - 115  | "               | 5 - 8     | 0.05 a 0.1 ml  | 0.05 y 0.1 %         |
| 22 | UNGUENTO OFTALMICO | 90 - 115  | "               | 7.6 - 8   | 0.05 a 0.1 ml  | 0.1 %                |
| 49 | UNGUENTO OFTALMICO | 90 - 110  | "               |           | 0.5 a 1.5 ml   | 0.5,1.5 %            |
| 49 | SUSPENSION OFT.    | 90 - 110  | "               | 6 - 8     | 0.05 a 0.1 ml  | 0.5 y 2.5 %          |
| 65 | SUSPENSION OFT.    | 90 - 115  | "               | 6.2 - 6.8 | 0.05 a 0.1 ml  | 0.113,0.5,0.9%       |
| 70 | SOLN. OFTALMICA    | 90 - 115  | "               | 6 - 8     | 0.05 a 0.1 ml  | 0.5, 1 %             |
| 88 | IMPLANTOS          | 95 - 104  | IMPLANTACION    |           | 100 a 400/día  |                      |
| 7  | SOLN. INYECTABLE   | 95 - 105  | V.I Y V.IM.     | 8 - 9     | 10 a 80 mg/día |                      |
| 14 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.IM.           | 5 - 7.2   | 50 a 400 mg/"  |                      |
| 22 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 115  | V.I. Y V. IM.   |           | 500 mcg a 2 mg | 4 mg / ml            |
| 49 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 115  | V.IM. Y V.P.    |           | 25 a 1 g       | 50 mg / ml           |
| 52 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.P.            | 7.5 - 8.5 | 25 a 50 mg     | 50 mg / ml           |
| 54 | SOLN. INYECTABLE   | 93 - 106  | V.I. Y V.IM.    | 7 - 8     | 100 a 500 mg   | 50 mg / ml, 100,500  |
| 63 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.IM.           | 7 - 8     | 10 mg a 1.5 g  | 40,125,500 mg        |
| 70 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.I. Y V.IM.    | 7 - 8     | 10 a 400 mg    | 20 mg / ml           |
| 74 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.INTRAART.     | 6 - 7     | 5 a 20 mg      |                      |
| 75 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 110  | V.I. Y V. IM.   | 6.7 - 7   | 40 a 250 mg    | 50 mg / ml           |
| 88 | SOLN. INYECTABLE   | 90 - 115  | V.IM. Y SUBCUT. |           | 1 a 10 mg      | 600mg/5ml.2y5mcg/5ml |



| No | FORMA FARMACEUTICA | CONTENIDO | VIA APLICACION         | pH        | RANGO USUAL                               | FORMA CONVENIENTE                                     |
|----|--------------------|-----------|------------------------|-----------|-------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| 4  | SJSP. ESTERIL      | 90 - 115  | V.IM.                  | 6.7 - 7.2 | 3mg/DE (4)<br>3mg/DE (7)<br>250 mcl a 2ml | 1.5mg de c/u en 5ml                                   |
| 14 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  | V.IM.                  | 5 - 7     | 10 a 400 mg                               | 25,50 mg / ml                                         |
| 49 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  | INTRAART.E INF.        |           | 1a: 10 a 50 mg<br>2a: 5 a 75 mg           | 25,50 mg / ml<br>25,50 mg / ml                        |
| 54 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  | V.IM. Y V.I            | 3.5- 7    | 100mg, 8 g                                | 100,250,500 mg/ml                                     |
| 60 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  | V.IM.                  | "         | 10 a 80 mg                                | 40,80mg/ml,<br>100,200,400 mg / 5ml<br>400 mg / 10 ml |
| 66 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  | V.IM.                  | 5 - 7     | 40 a 250mcg                               | 10,25,50,100 mg                                       |
| 82 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 115  | INTRAART.<br>INTRADER. |           | 2.5 A 80 mg<br>1 mg                       | IM:60mg 10,40mg/ml                                    |
| 83 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 115  |                        | 4.5-7.5   |                                           | 40mg/ml,125,200/5ml                                   |
| 85 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 115  | INTRAART.              |           | 2 a 20 mg                                 |                                                       |
| 90 | SJSPENSION ESTERIL | 90 - 110  |                        | 4 - 8     | 200mcg -1,25mg                            | 100 mg/ 4 ml                                          |
| 51 | SJSPENSION ORAL    | 90 - 110  | VIA ORAL               | 2.8-3.2   |                                           | 10 mg / 5 ml                                          |
| 3  | JARABE             | 90 - 115  | VIA ORAL               |           | 0.6 - 8.4mg                               | 600mcg/5ml,2y5mcg/5ml                                 |
| 83 | JARABE             | 90 - 110  | VIA ORAL               |           |                                           |                                                       |
| 8  | LOCION             | 95 - 115  | TOPICA                 |           | 0.1 %                                     | 0.1 %                                                 |
| 48 | LOCION             | 90 - 110  | TOPICA                 |           | 0.125 a 1 %                               | 0.125,0.25,0.5 & 1 %                                  |
| 82 | LOCION             | 90 - 110  | TOPICA                 |           | 0.1 %                                     | 0.1 %                                                 |
| 32 | SOLN. TOPICA       | 90 - 110  | TOPICA                 |           | 0.01 %                                    | 0.01 %                                                |
| 48 | SUPOSITORIO        | 90 - 110  | RECTAL                 |           |                                           | 1.5 g                                                 |

| Nº   | FORMA FARMACEUTICA | CONTENIDO | VIA APLICACION  | DOSIS! DIA     | RANGO USUAL    | FORMA CONVENIENTE            |
|------|--------------------|-----------|-----------------|----------------|----------------|------------------------------|
| 82   | PASTA DENTAL       | 90 - 110  | SUPERFICIE ORAL |                |                |                              |
| 3    | PASTILLAS BUCALES  | 90 - 110  | V. ORAL         | 0.1 mg de(3)   |                | 0.075 g                      |
| 48   | PASTILLAS BUCALES  | 90 - 110  | V. ORAL         | 2.5 mg de(48)  |                | 0.1 g                        |
| 3    | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         |                | 0.5 a 5mg      | 500 mcg                      |
| 7    | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         |                | 0.5 a 5 mg     | 500 mcg                      |
| 14   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 10 a 400mg     | 2.5 a 75 mg    | 5,10,25 mg                   |
| 19   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 500mcg a 2.5mg | 500mcg a15mg   | 250,500,750mcg<br>1.5 y 4 mg |
| 27   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 100 mcg        | 100 a 200 mcg  | 100 mg                       |
| 48   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 5 a 60 mg      | 140 mcg a 2 mg | 5,10,20 mg                   |
| 57   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 4 a 60 mg      | 4 a 16 mg      | 4 mg                         |
| 59   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 2 a 60 mg      | 4 mg           | 2,4,16 mg                    |
| 64   | TABLETAS           | 85 - 115  | V. ORAL         |                | 4 a 12 mg      | 1,2 mg                       |
| 65   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 5 a 15 mg      | 5 a 250 mg     | 1,2,5,5,20,25 mg             |
| 82   | TABLETAS           | 90 - 110  | V. ORAL         | 4 a 48 mg      |                | 1,2,4,8,mg                   |
| 7    | UNGUENTO           | 90 - 115  | TOPICA          | 0.05 %         |                | 0.05 %                       |
| 8    | UNGUENTO           | 90 - 115  | TOPICA          | 0.0 %          |                | 0.1 %                        |
| 48 y | NEOMICINA UNGUENTO | 90 - 110  | TOPICA          |                |                |                              |
| 8 y  | CLORTETRACICLINA   | 90 - 110  | TOPICA          |                |                |                              |
| 32   | UNGUENTO           | 90 - 110  | TOPICA          | 0.025 %        |                | 0.025 %                      |
| 43   | UNGUENTO           | 90 - 110  | TOPICA          | 0.025 a 0.05 % |                | 0.025 ,0.05 %                |
| 48   | UNGUENTO           | 93 - 107  | TOPICA          | 0.25 a 2.5 %   |                | 0.25,0.5,1 y 2.5%            |
| 49   | UNGUENTO           | 93 - 106  | TOPICA          |                |                |                              |

---

ENSAYO DE VALORACION E IDENTIFICACION DE LAS FORMAS FARMACEUTICAS DE LOS CORTICOSTEROIDES

---

BETAMETASONA CREMA (N.F. XIV pp 79 y B.P.C. pp 648 )

MUESTRA: TRANSFIERA UNA PORCION DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 10 mg DE BETAMETASONA Y AÑADA 40 ml DE ALCOHOL DEHIDRATADO, CALIENTE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR CON MOVIMIENTO CTE. POR 20 min. ENFRIE EN UN BAÑO DE AGUA HELADA DURANTE 30 min. FILTRE A TRAVES DE UN MEDIO POROSO A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml, TRANSFIERA EL RESIDUO POR UN EMBUDO A UN FCO. Y ADICIONE 40 ml DE ALC. DEHIDRATADO, CALIENTE Y ENFRIE DE LA MANERA ANTERIOR Y FILTRE AL MISMO MATRAZ, DEJELO A TEMP. AMB. Y AFORE CON ALCOHOL DEHIDRATADO Y MEZCLE. TRANSFIERA 10 ml A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml Y AFORE CON ALCOHOL DEHIDRATADO. (RETENGA 30 ml DE ESTA SOLN. PARA PRUEBAS DE IDENTIFICACION, CONCENTRANDO EL VOL. A 3ml)

PATRON : SECADO A 105° DURANTE 3 HRS. USE BETAMETASONA P.R. EN ALCOHOL DEHIDRATADO CONC. 10mcg/ ml.

PROCEDIMIENTO: BAJO ACTINICO 3 MATRACES DE 50 ml CON AYUDA DE UNA CORRIENTE DE NITROGENO POR 10seg AÑADA A CADA UNO 20 ml DE LAS SOLN. RESPECTIVAS (MUESTRA, PATRON Y BLANCO) EL BLANCO SERA ALCOHOL DEHIDRATADO, ADICIONE 2 ml DE UNA SOLN. 1 EN 200 DE CLORURO DE TRIFENILTETRAZOLIO EN ALCOHOL Y UNA SOLN. (3 VOL. HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO, DIL. 1 EN 10 Y 20 VOL. DE ALCOHOL), MEZCLE, FLUYA CON NITROGENO Y TAPE. MANTENGA LOS FCOS. EN UN BAÑO A 45° POR 30 min., DESPUES AÑADA 1 ml DE HAc. Y DEJE ENFRIAR A LA TEMPERATURA AMB. DETERMINE LAS ABS. A 485 nm. CALCULE LA CANTIDAD DE MUESTRA POR:

$$\text{mg} = C (\text{Au}/\text{As}).$$

IDENTIFICACION: MUESTRA.- LOS 3 ml DE CONCENTRADO DEL ENSAYO ANTERIOR.

PATRON DE REFERENCIA: BETAMETASONA P.R. 1 mg / ml

PROCEDIMIENTO: C.C.F.....10 mcl.....A<sub>3</sub>.....15 cm .....R<sub>1</sub>...105° POR 10 min.

---

BETAMETASONA JARABE ( N.F. XIV pp 79)

MUESTRA: UNA ALICUOTA DE JARABE EQUIVALENTE A 3.6 mg DE BETAMETASONA, ENJUAGUE LA PIPETA CON 10 ml DE AGUA EN PORCIONES Y LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE CLORF. COLECTE LOS EXTRACTOS EN UN 2o EMBUDO, LAVE CON 2 PORCIONES DE 30 ml DE SOLN. NaOH (1 en 250), DESCARTE LOS LAVADOS ACUOSOS. FILTRE LA SOLN. CLOROFORMICA LAVADA A TRAVES DE UNA CAPA DE SULFATO DE SODIO GRANULAR, EN UN FILTRO DE ALGODON EN UN FCO Y EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR. DISUELVA

EL RESIDUO EN 25 ml DE ALC., TRANSFIERA A UN MATRAZ DE 50 ml Y AFORE CON ALC. Y MEZCLE. TRANSFIERA 15 ml A UN MATRAZ DE 100 ml Y AFORE CON ALC., MEZCLE. TRANSFIERA 20 ml A UN MATRAZ DE 50 ml. RETENGA 25 ml DE ESTA SOLN. PARA LAS PRUEBAS DE IDENTIFICACION.

PATRON: BETAMETASONA P.R. SIGA EL METODO "2BIS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "2 BIS" EXCETO.-AÑADA 1 ml DE HAc DESPUES MANTENGA A 45° POR 90 min CALCULE LA CANTIDAD EN mg = 0.333 C(Au/As).

IDENTIFICACION: MUESTRA EL RESIDUO DISUELVALE EN 500 mcl DE ALCOHOL.

PATRON: 500 mcg / ml EN ALCOHOL.

PROCEDIMIENTO: UNO...I....2...A<sub>1</sub>...15 min...R<sub>1</sub>...120° POR 10 min. SIGA EL BETAMETASONA MATERIA.

---

BETAMETASONA TABLETAS ( NF XIV ,pp80)

MUESTRA: PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTE A 2.5 mg DE BETAMETASONA Y CON AYUDA DE 15 ml DE AGUA- A UN MATRAZ DE SEPARACION, EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. USE FILTRO DE ALGODON A UN MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON CLORF. Y MEZCLE. TRANSFIERA 20 ml A UN FCO DE 50 ml Y EVAPORE A SEQUE- DAD, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml DE ALCOHOL. RETENGA 50 ml PARA LAS PRUEBAS DE IDENTI- DAD, EVAPORADO A SEQUEIDAD Y USE EL RESIDUO.

PATRON: BETAMETASONA P.R. USE EL METODO "2 BIS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "2 bis" EXCEPTO MANTENER LOS FCOS EN BAÑO A 45° POR 90 min. DESPUES AÑADA 1 ml DE HAc Y ENFRIE, CALCULE LA CANTIDAD DE LA PORCION TOMADA DE LAS TABLETAS.

IDENTIFICACION: MUESTRA RESIDUO EN 1 ml DE CLOROFORMO.

PATRON: 500 mcg EN CLOROFORMO

PROCEDIMIENTO: SIGA LA C.C.F. DE LA BETAMETASONA MATERIA PRIMA. UNO...2 mcl...A<sub>1</sub>...R<sub>1</sub>

---

BETAMETASONA FOSFATO DE SODIO Y BETAMETASONA ACETATO SUSPENSION ESTERIL(NF XIV pp 84 )

MUESTRA: ALICUOTA DE LA SUSPENSION EQUIVALENTE EN FOSFATO DE SODIO DE BETAMETASONA A 6 mg DE BETA METASONA EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 50 ml, ENJUAGUE LA PIPETA CON HCl DIL.(1 en 120) AÑADA DOS-- ENJUAGUES AL MATRAZ Y MEZCLE.

PATRON: FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. 40 mg EN HCl DIL.(1 en 120) PARA HACER 250 ml, MEZCLE.

PROCEDIMIENTO: 40 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. EN EMBUDOS DE SEPARACION Y AÑADA RESPECTIVAMENTE A ELLAS 3 PORCIONES DE 40 ml DE CLOROF. SAT. CON HCl DIL. EXTRAIGA Y LAVE LA FASE ACUOSA CON 40 ml

DE HEXANO, DESCARTE LOS EXTRACTOS CLOROFORMICOS Y LOS LAVADOS DE HEXANO. TRANSFIERA 20 ml DE LA FA SE ACUOSA A UN EMBUDO DE 100 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON HCl DIL. Y MEZCLE. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. USANDO HCl DIL. COMO BLANCO A 241 nm. Y CALCULE LA CANTIDAD DE - BETAMETASONA EQUIVALENTE EN EL FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA EN CADA ml DE LA SUSPENSION TOMADA POR MEDIO DE LA FORMULA SIGUIENTE:  $mg = 392.47 / 516.41 (0.05 C/V)(Au/As)$

BETAMETASONA ACETATO

MUESTRA: EL EQUIVALENTE DE 15 mg DE ACETATO DE BETAMETASONA, ENJUAGUE LA PIPETA CON 1 ml DE AGUA FRIA Y FILTRE, LAVE EL RESIDUO CON 1 ml DE AGUA FRIA Y DESCARTE EL FILTRADO. DISUELVAS EL RESIDUO EN 25 ml DE ALCOHOL, LAVE CON 2 PORCIONES DE 4 ml DE ALCOHOL, TRANSFIERA LAS SOLN. ALCOHOLICAS A UN MATRAZ DE 100 ml Y AFORE CON ALCOHOL Y MEZCLE. TRANSFIERA 15 ml DE ESTA SOLN. A UN MATRAZ 100 ml. AFORE CON ALCOHOL, MEZCLE.

PATRON: SIGA EL METODO "2 BIS" CON ACETATO DE BETAMETASONA P.R. EXCEPTO: PREPARE SOLN. EN ALCOHOL.

PROCEDIMIENTO: TRANSFIERA 20 ml DE CADA SOLN. POR SEPARADO A MATRACES DE 50 ml BAJO ACTINICO Y SE SIGUE EL METODO "2 BIS" PERO MANTENGA LOS FCS. EN EL BAÑO A 50° POR 90 Min. Y AÑADA 1 ml DE HAc.

CANTIDAD EN CADA ml DE LA SUSPENSION TOMADA:  $mg = (0.667 C/V)(Au/As)$

IDENTIFICACION : MUESTRA 2 ml DE LA SUSPENSION EN 2 ml DE METANOL.

PATRON: FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. 2 mg/ml EN SOLN. METANOL- AGUA (1:1)

PROCEDIMIENTO: C.C.F. 10 mcl...G<sub>1</sub>...15 cm...R<sub>1</sub>...120° POR 10 min.

---

BETAMETASONA FOSFATO DE SODIO SOLN. INY. (BP. pp 54)

MUESTRA: DILUYA UN VOL. EQUIVALENTE A 20 mg DE BETAMETASONA EN 200 ml DE AGUA. A 25 ml AÑADA 2,5 g DE NaCl, DISUELVAS Y AÑADA 1 ml DE HCl Y AGITE CON 3 PORCIONES DE 25 ml DE CLOROF. LAVE CADA CAPA DE CLOROF. CON 1 ml DE HCl 0.1 N AÑADA EL LAVADO A LA SOLN. ACUOSA Y DESCARTE EL CLOROF. EXTRAIGA LA SOLN. ACUOSA CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE TERBUTIL FOSFATO Y DILUYA LOS EXTRACTOS COMBINADOS CON 25 ml DE MeOH. A 2 ml AÑADA 10 ml DE SOLN. ISONIAZIDA, TAPE LOS TUBOS Y CALIENTE A 50° POR 3hr PROTEGIENDO LAS SOLN. DE LA LUZ, ENFRIE Y MIDA LA EXTINCION A 405 nm (USE COMO BLANCO UNA SOLN. SIMILAR PERO SIN LA MUESTRA)

PATRON: 25 ml DE UNA SOLN. DE FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. CONTENIENDO EL EQUIVALENTE A 0.01 DE BETAMETASONA, SIGA EL PROCESO DE LA MUESTRA COMENZANDO "AÑADA 2.5g," DETERMINE EL CONTENI

DO DE LA SOLN. INY. EN COMPARACION CON EL PATRON POR LA MEDIDA DE LA  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  A 241 nm (UNA ALICUOTA CON AGUA Y USE COMO VALOR DE CALCULO UNA EXT. = 391 (A UN MAX.ABS. DE 241 nm)

IDENTIFICACION: MUESTRA

- (1).-VOL.DE LA SOLN.INY. EQUIVALENTE A 8 mg DE BETAMETASONA CON 20 ml DE AGUA, 2.5 g DE NaCl y 1ml DE HCl 0.1N EXTRAIGA CON 50 ml DE ETHER ANESTESICO, RECHACE LA CAPA ETHEREA, AÑADA 0.5 ml DE HCl, EXTRAIGA CON 10 ml DE TERBUTIL FOSFATO, RECHACE LA CAPA ACUOSA, USE LA CAPA ORGANICA.
- (2).- 10 mg DE BETAMETASONA FOSFATO DE SODIO P.R. SIGA EL PROCESO DE LA SOLN. (1)
- (3).- UNA MEZCLA DE VOLUMENES IGUALES DE LAS SOLN. (1) y (2)
- (4).-UNA MEZCLA DE LA SOLN.(1) Y OTRA HECHA CON EL PROCESO DE LA SOLN,(1) USANDO 10 mg DE FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R.

PROCEDIMIENTO: C.C.F. UNO...G<sub>1</sub>...5mcl...110° POR 10 min... R<sub>1</sub>...110° POR 10 min.

II.-A UN VOL. EQUIVALENTE A 4 mg DE BETAMETASONA AÑADA 2 ml DE AGUA Y SUFICIENTE ALC.DEHIDRATADO PARA PRODUCIR 40 ml, TOME 2 ml DE ESTA SOLN. EN UN TUBO DE ENSAYE Y SIGA LA PRUEBA I DEL(7).

III.- EVAPORE 0.5 ml A SEQUEDAD Y SIGA LA PRUEBA II DEL (7).

---

BETAMETASONA FOSFATO DE SODIO TABLETAS (BP. pp 55)

MUESTRA: PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 10 mg DE BETAMETASONA EN 100 ml DE AGUA.

PATRON: FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. SIGA EL MISMO QUE EN LA SOLN. INY.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL MISMO QUE EN LA SOLN. INY.

IDENTIFICACION: MUESTRA

- (1)/POLVO DE LAS TABLETAS EQUIVALENTE A 2 mg DE BETAMETASONA EN 25 ml DE AGUA, SIGA LA SOLN.INY.
- (2). 2.5 mg DE FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. Y LA SOLN. (3) IGUAL QUE EN LA SOLN.INY.
- (4).-SIGA LA MISMA QUE EN LA SOLN. INY. PONIENDO 2.5 mg DE FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R.

II.-MEZCLE UNA CANTIDAD DE POLVO EQUIVALENTE A 0.4 mg DE BETAMETASONA CON 1 ml DE ACIDO SULFURICO Y DEJE REPOSAR DURANTE 5 min. SE PRODUCE UN COLOR AMARILLO PALIDO.

---

BETAMETASONA VALERATO DE AEROSOL (NF XIV pp 87)

MUESTRA: DESCARGUE EL CONTENIDO DEL ENVASE EN UN FCO. DE 250 ml, EVAPORE CON LA AYUDA DE UNA CORRIENTE DE NITROGENO Y CONTINUE HASTA QUE CON DOS PESADAS SUCCESIVAS INDIQUEN UN PESO DE MENOS DE 1 % DE EL CONTENIDO, DISUELVA EL RESIDUO EN 30 ml DE CLOROF. LLEVE A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml, AÑADA LOS ENJUAGUES DEL FCO. HECHOS CON LAVADOS DE CLORF. Y AFERE CON CLORF., MEZCLE.

UN VOL. DE ESTA SOLN. EQUIVALENTE A 2 mg DE BETAMETASONA, EN UN FCO. DE 100 ml, EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR Y CON LA AYUDA DE UNA CORRIENTE DE NITROGENO, TRANSFIERA EL RESIDUO A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 60 ml CON AYUDA PRIMERO DE 20 ml DE SOLVENTE HEXANO, SIGA CON UNA MEZCLA DE 16 ml (4 VOL. DE MeOH Y 1 VOL. DE AGUA) Y AGITE POR 2 min. CENTRIFUGE Y TRANSFIERA LA CAPA INFERIOR A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 125 ml, EXTRAIGA EL HEXANO CON 16 ml DE LA MEZCLA (MeOH-AGUA) Y COMBINE LA CAPA INFERIOR CON EL EXTRACTO PRINCIPAL EN EL TUBO DE CENTRIFUGA DE 125 ml. AÑADA 32 ml DE AGUA, EXTRAIGA CON 2 PORCIONES DE 22 ml DE CLORF., AGITE POR 2 min. Y CENTRIFUGE. FILTRE CADA EXTRACTO CON UN FILTRO DE ALGODON A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml. EVAPORE EL CLORF. EN BAÑO Y CON LA AYUDA DE UNA CORRIENTE DE NITROGENO, DISUELVIA EL RESIDUO DEL FCO. CON AYUDA DE 80 ml DE ALC. CALIENTE Y AFORE CON ALCOHOL DESPUES DE ENFRIAR. TRANSFIERA 20 ml A UN MATRAZ DE 50 ml BAJO ACTINICO. RETENGA 25 ml DEL REMANENTE DE LA SOLN. PARA PRUEBAS DE IDENTIFICACION.

PATRON: SIGA EL METODO "2 BIS" EXCEPTO SOLN. EN ALC. (24 mcg/ml) Y TRANSFIERA A MATRAZ DE 50 ml, LA CANTIDAD DE 20 ml. EL MATRAZ BAJO ACTINICO.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "2 BIS" EXCEPTO: MANTENER LOS FCO. EN BAÑO A 45° POR 90 min. Y DESPUES AÑADA 1 ml DE HAc Y ENFRIE. DETERMINE LA CANTIDAD DE VALERATO DE BETAMETASONA POR MEDIO DE LA FORMULA:  $mg = 392.47 / 476.58 (10C/V)(AU/As)$

---

BETAMETASONA FOSFATO SODICO GOTAS OTICAS (B.P.C. 1973 pp 688)

IDENTIFICACION: MUESTRA UN VOL. MEDIDO EQUIVALENTE A 2 mg DE FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA, AÑADA 20 ml DE AGUA, 2.5 g DE NaCl, 0.5 ml DE HCl. SIGA EL METODO DE LAS PASTILLAS BUCALES DE BETAMETASONA EXCEPTO: REPITA EL PROCEDIMIENTO USANDO 2 ml DE AGUA, EN LUGAR DE LA MUESTRA: CONTINUE CON EL PROCEDIMIENTO Y PARA EFECTOS DE CALCULO USE EL VALOR DE LA EXT. = 297 (1% y 1 cm)

---

BETAMETASONA VALERATO APLICACION PARA EL CUERO CABELLUDO (B.P.C. 1973 pp 648)

MUESTRA: SIN DILUIR

PATRON: VALERATO DE BETAMETASONA P.R. EN ALCOHOL AL 95 %

PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO UNO...  $G_1 \dots 10 \text{ mcl} \dots R_1 \dots 120^\circ$  POR 10 min.

---

BETAMETASONA VALERATO CON CLORTETRACICLINA UNGUENTO (BPC. 1973 pp 648)

PARA DETERMINAR LA PRESENCIA DE BETAMETASONA VALERATO DEBE USAR EL METODO DE ENSAYE DE VALORACION DE BETAMETASONA EN CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA.

IDENTIFICACION: MUESTRA MEZCLE 2.5 g/10 ml DE ALC. AL 95 % CALIENTE Y ENFRIE, PONGA A 0° POR 30min

USE EL FILTRADO.

PATRON: VALERATO DE BETAMETASONA P.R. EN ALCOHOL AL 95 %

PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO UNO...G<sub>1</sub>...5 mcl...R<sub>1</sub>...120° POR 10 min.

LA IDENTIFICACION DE LA CLORTETRACICLINA : B.P.C. 1973 pp 759

---

BETAMETASONA TABLETAS ( B.P. pp 53)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 15 mg DE BETAMETASONA EN 10 ml DE AGUA, EXTRAIGA CON PORCIONES DE 100, 50, 50 y 40 ml DE CLORF. LAVANDO CADA EXTRACTO CON LOS MISMOS 10 ml DE AGUA Y FILTRE, DILUYA LOS COMBINADOS FILTRADOS A 250 ml CON CLORF. EVAPORE A SEQUEDAD 50 ml Y DISUELVA EL RESIDUO EN ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS PARA OBTENER UNA CONC. ENTRE 390 y 410 mcg / 10 ml. COMPLETE EL ENSAYO CON EL METODO "A" DEJANDO DESARROLLAR EL COLOR POR UNA HORA A 30° PARA PROCEDER.

PATRON: BETAMETASONA P.R. EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS PARA OBTENER UNA CONC. 390 y 410 mcg/10 ml SIGA EL METODO DE LA MUESTRA; DE LA EXT. OBTENIDA CALCULE EL CONTENIDO DE BETAMETASONA EN TABLETAS. IDENTIFICACION: UNA CANTIDAD DEL POLVO EQUIVALENTE A 25 mg DE BETAMETASONA EN 150 ml DE CLOROF. POR 30 min. FILTRE Y LAVE LOS FILTRADOS CON 20 ml DE AGUA, EVAPORE LA SOLN. A SEQUEDAD Y EL RESIDUO SEQUELO A 105° POR 2 HORAS Y CUMPLE CON LAS SIGUIENTES PRUEBAS.

I: ESPECTROMETRIA EN EL INFRARROJO.

II: CUMPLE CON LA PRUEBA III DEL (7).

III: CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA DE BETAMETASONA MATERIA PRIMA.

---

BETAMETASONA PASTILLAS BUCALES (B.P.C. 1968 pp 1148)

MUESTRA: PULVERIZE 20 PASTILLAS, EQUIVALENTES A 3 mg DE BETAMETASONA, AÑADA 15 ml DE AGUA, MEZCLE A DISOLUCION. ADICIONE 35 ml DE AGUA ( AGITANDO VIGOROSAMENTE POR 2 min. ), DEJE EN LA OSCURIDAD 15 min DILUYA A 50 ml CON AGUA, CENTRIFUGE LA SUSPENSION, A 10 ml DEL LIQUIDO CLARO SOBRENADANTE AÑADA 2.5g DE NaCl, 10 ml DE AGUA, 0.5 ml DE HCl y EXTRAER CON 2 PORCIONES DE 25 ml DE CLOROF. Y LAVE LOS EXTRACTOS CON EL MISMO HCl, DESCARTELES, EXTRAIGA EL LIQUIDO DE COMBINADOS ACUOSOS Y LAVE CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE EXTRACTO DE TRI-n-BUTIL FOSFATO, COMBINE LOS EXTRACTOS Y DESCARDE CUALQUIER COSA POSTERIOR A LA FASE ACUOSA YA SEPARADA. EXTRAIGA EL LIQUIDO ORGANICO CON PORCIONES SUCESIVAS DE 20 y 25 ml DE UNA SOLN. CONTENIENDO 10 % DE NaCl, 1% DE Na<sub>2</sub> PO<sub>4</sub> ANH. EN AGUA. FILTRE A TRAVES DE UN EMBUDO CONTENIENDO FILTRO DE ALGODON, LAVE EL FILTRADO CON 3 ml DE LA SOLN. CLORURO-FOSFATO, DILUYA LOS



COMBINADOS FILTRADOS Y LAVELOS CON LA SOLN. CLORURO-FOSFATO A 50 ml, FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO-- DE FIBRA DE VIDRIO (PATRON BRITANICO GRADO 4) Y MIDA LA EXT. DE UNA CAPA DE 1 cm A UN MAX. ABS. 241nm USANDO COMO BLANCO LA SOLN. DE CLORURO-FOSFATO. REPITA EL PROCESO USANDO 10 ml DE AGUA EN LUGAR DE LA MUESTRA Y LA DIFERENCIA ENTRE LAS DOS EXTINCIONES SERA LA EXT. DEBIDA A LA MUESTRA, PARA EFECTOS DE CALCULO USE EL VALOR DE EXT. (1cm, 1%) = 391. CALCULE EL PESO TOTAL DE BETAMETASONA EN LAS PASTILLAS (20) Y DIVIDA EL RESULTADO ENTRE VEINTE.

---

BETAMETASONA GOTAS OFTALMICAS (B.P.C. 1973 pp 688)

MUESTRA: UN VOL. EQUIVALENTE A 2 mg DE FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA, AÑADA 20 ml DE AGUA Y SIGA - EL PROCEDIMIENTO DE LAS PASTILLAS BUCALES COMENZANDO CON: "AÑADA 2.5g... (EXCEPTO LOS 10 ml DE AGUA) HASTA LA DILUCION DE LOS COMBINADOS A 100 ml Y PARA EFECTOS DE CALCULO USE EXT. (1cm, 1%) = 391

IDENTIFICACION: MUESTRA 1 ml DE LA SOLN. DEBE SER SIN DILUIR.

PATRON: FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA P.R. EN ALCOHOL AL 95 %

PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO UNO... G1... 10 mcl... R<sub>1</sub>... 120° POR 10 min.

---

BETAMETASONA VALERATO CREMA (NF. XIV pp87 y B.P.C. pp656)

CLOROFORMO EQUILIBRADO: EQUILIBRE 50 ml DE CLORF. EN PORCIONES CON UNA MEZCLA DE 20 ml DE AGUA Y 2ml DE HCl DIL. (1:120) USE UNA MEZCLA NUEVA DE ACIDO-AGUA POR CADA 200 ml DE CLORF. DEBE EQUILIBRAR- 700 ml PARA REALIZAR EL ENSAYO DE VALORACION.

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE CREMA EQUIVALENTE A 2 mg DE BETAMETASONA, EN UN EMBUDO DE SEPARACION AÑADA 20 ml DE AGUA, 2 ml DE HCl DIL. Y MEZCLE. EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 50 ml DE CLORF. Y COMBINE LOS EXTRACTOS OBTENIDOS.

PATRON: VALERATO DE BETAMETASONA P.R. (30 mg) A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 50 ml, DISUELVA Y AFORE -- CON EL CLOROF. EQUILIBRADO, LA CONC. SERA DE 12 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: LAS SOLN. SERAN FILTRADAS A TRAVES DE UN FILTRO DE PLANCHAS DE ALGODON, PREVIAMENTE CUBIERTAS CON Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH. LAVADAS CON CLORF. 3 PORCIONES DE 5 ml. ADICIONE LOS LAVADOS AL VASO DE RECOLECCION Y EVAPORE A SEQUEDAD, BAJO UN FLUJO DE NITROGENO SECO, AÑADA 25 ml DE ALC. AL RESIDUO - CALENTANDO SOBRE UN BAÑO DE VAPOR POR 5 min. ENFRIE A LA TEMP. AMB. TRANSFIERA LAS SOLN. POR SEPA-- RADO A MATRACES VOLUMETRICOS DE 100 ml (UNA MASA DE CREMA BLANCA PUEDE COLOCARSE AFUERA, ENFRIANDOSE ASI EL ALC. QUE SE ADICIONA NO TRANSFIERA ESTA SUSTANCIA AL MATRAZ). DILUYA Y AFORE LAS SOLN. CON ALC.

MEZCLE Y FILTRE A TRAVES DE PAPEL,DESCARTE LOS PRIMEROS 10 ml,TRANSFIERA 20 ml DE CADA SOLN. POR --  
SEPARADO A MATRACES DE 50 ml BAJO ACTINICO.

PROCEDIMIENTO:SIGA EL DEL METODO "B" EXCEPTO MANTENER LOS FCOS. EN BAÑO A 45° POR 90 min. 1 ml DE --  
Hac. MUEVA SUAVEMENTE LOS CONTENIDOS,ENFRIE EN BAÑO DE AGUA HELADA POR 1 min. Y DEJE A TEMP.AMB.

PARA CALCULOS DE CANTIDAD DE BETAMETASONA EN CREMA DEL VALERATO:mg=392.47/476.58(0.2C)(Au/As)

IDENTIFICACION:SIGA LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD DE VALERATO DE BETAMETASONA(8) DE C.C.F.

---

BETAMETASONA VALERATO LOCION (NF XIV pp 88)

MUESTRA:SIGA LA DE LA CREMA DE VALERATO DE BETAMETASONA

PATRON:SIGA EL DEL METODO "B" USANDO VALERATO DE BETAMETASONA P.R. EXCEPTO: UNA SOLN. EN ALCOHOL CON  
UNA CONC. 24 mcg/ml Y TRANSFIERA 20 ml A UN MATRAZ CONICO BAJO ACTINICO DE 50 ml.

PROCEDIMIENTO:SIGA EL DEL METODO "B" EXCEPTO MANTENER LOS FCOS. A UNA TEMP. DE 45° POR 90 min.DESPUES  
AÑADA 1 ml DE Hac.Y ENFRIE. CALCULE LA CANTIDAD DE BETAMETASONA EQUIVALENTE A LA CANTIDAD DE VALERATO  
DE BETAMETASONA EN LA PORCION DE LOCION TOMADA POR: mg=392.47/476.58 (0.1 C)(Au/ As)

IDENTIFICACION:EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR,BAJO FLUJO DE NITROGENO 25 ml DE MUESTRA DEL  
ENSAYO DE VALORACION Y DISUELVA EL RESIDUC EN 1 ml DE MEZCLA CHCl<sub>3</sub> - CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (RESPONDE A LAS PRUEBAS -  
DE IDENTIDAD DE VALERATO DE BETAMETASONA (8) EN CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA)

---

BETAMETASONA VALERATO UNGUENTO (NF. XIV pp89 y B.P.C. 1973 pp 759)

MUESTRA:PORCION DE UNGUENTO,EQUIVALENTE A 2 mg DE BETAMETASONA,A UN EMBUDO DE SEPARACION DE 250 ml ,  
AÑADA 120 ml DE HEXANO CALIENTE Y AGITE PARA DISOLVER,ADICIONE 80 ml DE UNA SOLN. (AGUA EN METANOL  
1 en 5) ENFRIE Y AGITE POR 2 min. DEJE SEPARAR LAS CAPAS Y TRANSFIERA LA CAPA INFERIOR A UN MATRAZ --  
VOLUMETRICO DE 100 ml,CONTENIENDO LOS EXTRACTOS PRINCIPALES,DILUYA A VOL. CON AGUA - MeOH Y MEZCLE.  
TRANSFIERA 50 ml DE ESTA SOLN. A UN EMBUDO DE SEPARACION DE 250 ml Y AÑADA 50 ml DE AGUA,EXTRAIGA --  
CON 2 PORCIONES DE 60 y 20 ml DE CLORF. COMBINE LOS EXTRACTOS CLOROFORMICOS EN MATRAZ DE 250 ml Y --  
EVAPORE A SEQUEDAD Y CON AYUDA DE FLUJO DE NITROGENO,CONTINUE CALENTANDO SOBRE EL NITROGENO DESPUES  
DE 30 min. DE QUE SE HAYA EVAPORADO EL SOLVENTE.ENFRIE Y AÑADA 50 ml DE ALC.,DISUELVA EL RESIDUC,EN  
FRIE Y TAPE PARA AGITAR VIGOROSAMENTE Y DISOLVER EL RESIDUC,TRANSFIERA 20 ml A UN MATRAZ 50ml BAJO  
ACTINICO. RETENGA 20 ml DEL REMANENTE PARA PRUEBAS DE IDENTIFICACION.

PATRON: SIGA EL METODO "B" EXCEPTO LA SOLN. EN ALC. TENIENDO CONC. 24 mcg/ml Y TRANSFIERA 20 ml A UN  
MATRAZ DE 50 ml BAJO ACTINICO.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "B" EXCEPTO MANTENER EN BAÑO A 45° POR 30 min. CALCULOS COMO LOCION.  
IDENTIFICACION: SIGA LAS MISMAS PRUEBAS QUE LA CREMA DE VALERATO DE BETAMETASONA.

---

CORTISONA ACETATO SOLN. INY. (B.P. pp 127)

MUESTRA: UN VOL. EQUIVALENTE A 50 mg DE CORTISONA, AÑADA 20 ml DE AGUA Y EXTRAIGA CON 3 PORCIONES DE 30 ml DE CLOROF. FILTRE A TRAVES DE FILTRO DE ALGODON, A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml, AFORE CON -- CLOROF., DILUYA 10 ml A 50 ml CON CLOROF. TRANSFERA 4 ml DE ESTA SOLN. A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 25 ml Y RETIRE EL CLOROF. CON LA AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE DISUELVA EL RESIDUO EN 10 ml DE ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS.

PATRON: ACETATO DE CORTISONA P.R. EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, UNA SOLN. CONTENIENDO 390 y 410 mcg/10 ml (DESARROLLE EL COLOR POR UNA HORA A 30° Y CONTINUE CON EL PROCEDIMIENTO).

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "A"

IDENTIFICACION: I .- CUMPLE CON C.C.F. METODO UNO...I...B<sub>1</sub>...2 mcl...R<sub>1</sub>...120° POR 10 min.

II .- ESPECTROFOTOMETRIA EN EL INFRARROJO.

III.-FILTRE UN VOL. EQUIVALENTE A 50 mg DE ACETATO DE CORTISONA A TRAVES DE ALGODON, LAVE EL RESIDUO CON 4 PORCIONES DE 5 ml DE AGUA, DISUELVA EN 10 ml DE CLOROF. LAVE LA SOLN. CON 4 PORCIONES DE 10 ml -- DE AGUA, DESCARTE LOS LAVADOS, FILTRE Y EVAPORE A SEQUEDAD, USE EL RESIDUO PARA PRUEBAS I Y II.

---

CORTISONA ACETATO TABLETAS (B.P. pp 128 )

MUESTRA: PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 15 mg DE ACETATO DE CORTISONA EN 10 ml DE AGUA....  
SIGA EN EL ENSAYO DE TABLETAS DE BETAMETASONA HASTA UNA CONC. DE 340 y 360 mcg/ml (BP. pp 53 )

PATRON: ACETATO DE CORTISONA P.R. EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, CONC. 340 y 360 mcg /ml (DEJE DESARRO -- LLAR EL COLOR POR UNA HORA A 30° ANTES DE SEGUIR CON EL PROCEDIMIENTO).

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "A" COMENZANDO CON: "TRANSFERA 10 ml..."

IDENTIFICACION: I.-UNA CANTIDAD DE POLVO EQUIVALENTE A 0.1g DE ACETATO DE CORTISONA CON 5 ml DE CLORF A SEQUEDAD Y EL RESIDUO CUMPLE CON LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD I Y II DE LA SOLN. INY DE ACETATO CORTI.

---

CORTISONA ACETATO TABLETAS ( U.S.P. XIX pp 108 )

MUESTRA: PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 20 mg DE ACETATO DE CORTISONA EN 15 ml DE AGUA, EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 25 ml Y 1 DE 20 ml DE CLORF. FILTRE A TRAVES DE ALGODON A UN MATRAZ VOL. 100 ml,

- 74 -

AFORE CCN CLORF., TOME 20 ml DE ESTA SOLN. Y LLEVE LA A UN MATRAZ DE 50 ml EVAPORE A SEQUEDAD, Y ENFRIE DISUELVA EL RESIDUO EN 2 ml DE UNA MEZCLA DE VOL. IGUALES DE CLORF. - ALCOHOL.

PATRON: SIGA EL METODO "DOS" USE ACETATO DE CORTISONA P.R.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "DOD" USANDO EL SOLVENTE B<sub>2</sub> Y CALCULE LA CANTIDAD DE ACETATO DE CORTI. EN LA PORCION DE LAS TABLETAS TOMADAS POR:  $mg = 0.01 C (Au / As)$

IDENTIFICACION: PULVERIZE 20 TABLETAS EN CANTIDAD EQUIVALENTE A 25 mg DE ACETATO DE CORTISONA, DIGESTE CON 15 ml DE HEXANO POR 15 min. DECANTE Y DESCARTE EL SOLVENTE HEXANO, EXTRAIGA EL RESIDUO CON 10 ml DE HEXANO COMO LA MANERA ANTERIOR, DIGESTE EL RESIDUO DE LA 2a EXTRACCION CON 25 ml DE ALC. DEHIDRAT. POR 15 min. CON AGITACION FRECUENTE Y EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE BAÑO DE VAPOR. EL RESIDUO RESPONDE A LAS PRUEBAS DE ESPECTROMETRIA EN EL INFRARROJO Y A LA PRUEBA III DEL (7).

---

CORTISONA ACETATO SUSPENSION ESTERIL (USP XIX pp 108)

MUESTRA: TRANSFERA A UN EMBUDO DE SEPARACION UN VOL. DE LA SUSPENSION, EQUIVALENTE A 20 mg DE ACETATO DE CORTISONA, DILUYA CON AGUA A 15 ml. EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 20 ml DE CLORF., FILTRE CADA UNA A TRAVES DE FILTRO DE ALGODON A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF. TOME 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE EL CLORF. A SEQUEDAD, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO CON 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: SIGA EL MISMO DEL METODO "2 BIS" USANDO ACETATO DE CORTISONA P.R.

PROCEDIMIENTO: EXTRAIGA UN VOL. DE LA SUSPENSION, EQUIVALENTE A 25 mg DE ACETATO DE CORTISONA, CON 2 PORCIONES DE ETER LIBRE DE PEROXIDOS, DESCARTE LOS EXTRACTOS ETHEROS, EXTRAER CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE CLORF. EVAPORE LOS EXTRACTOS COMBINADOS CLOROFORMICOS CLAROS CON AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE, A SEQUEDAD: EL RESIDUO OBTENIDO RESPONDE A LAS PRUEBAS DE ESPECTROMETRIA EN EL IR. Y A LA I DEL (14)

---

DEXAMETASONA AEROSOL (NF. XIV pp 184)

MUESTRA: ESPREE EL CONTENIDO A UN VASO DE 400 ml QUE CONTIENE 75 ml DE ALC. AGITE SUAVEMENTE EL CONTENIDO CADA 15 seg. Y DEJE QUE TOME LA TEMP. AMB. CONTINUE ESPREANDO HASTA QUE SE AGOTE EL CONTENIDO - DEL ENVASE, TRANSFERA LA SOLN. ALCOHOLICA A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml Y AFORE CON ALC., MEZCLE. DILUYA UN VOL. MEDIDO DE ESTA SOLN. EQUIVALENTE A 1 mg DE DEXAMETASONA A 100 ml CON ALC. TRANSFERA 20 ml A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml.

PATRON: USE DEXAMETASONA PATRON DE REFERENCIA Y SIGA EL METODO "B"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "B", DEJE EN LA OSCURIDAD POR 45 min. CALCULOS:  $mg = 10C/V(Au/As)$

IDENTIFICACION: EVAPORE 5 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO DE VALORACION, A SEQUEDAD Y EL RESIDUO DILUYALO EN 1 ml DE CLORF. Y SIGA LA C.C.F. METODO TRES...A<sub>3</sub>...100 mc1...R<sub>1</sub>

DEXAMETASONA ELIXIR (USP XI<sub>A</sub> pp 122)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO, EQUIVALENTE A 1mg DE DEXAMETASONA EN UN EMBUDO DE SEPARACION, AÑADA 15 ml DE AGUA, EXTRAER LA DEXAMETASONA USANDO 4 PORCIONES DE 20 ml DE CLORF. Y FILTRE A TRAVES DE ALGODON A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 100 ml, AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOMA 20 ml Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml Y EVAPORE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, A SEQUEDAD Y AL RESIDUO DILUYALO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: DEXAMETASONA P.R. SIGA EL METODO " 2 BIS "

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "2BIS" EXCEPTO; DEJE REPOSAR EN LA OSCURIDAD 45 min. CALCULE LA CANTIDAD DE ELIXIR TOMADO DE LA DEXAMETASONA PRESENTE  $mg/ml = 0.1(C/V)(Au/As)$

IDENTIFICACION: EVAPORE 50 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO, A SEQUEDAD Y DISUELVA EL RESIDUO EN 1 ml DE CLORF. EL PATRON SERAN 500 mcg / ml EN CLORF. SIGA LA C.C.F. METODO TRES...A<sub>3</sub>...10mc1...R<sub>1</sub>...UV.

DEXAMETASONA TABLETAS (USP XIX pp 123)

MUESTRA: PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 4 mg DE DEXAMETASONA, LLEVE A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 50 ml, Y AÑADA 20 ml DE ALC., AGITE POR 2 min. DEJE REPOSAR POR 20 min. CON AGITACION FRECUENTE, CENTRIFUGE POR 5 min. TOMA 10 ml DEL LIQUIDO SOBRENADANTE CLARO, EQUIVALENTE A 2 mg DE DEXAMETASONA, Y LLEVE A UN TUBO CONVENIENTE, EVAPORE EL ALC. A SEQUEDAD EN FORMA CONVENIENTE. EL RESIDUO DILUYALO EN UNA MEZCLA DE VOL. IGUALES CLORF.-ALCOHOL(1ml) CENTRIFUGE SI ES NECESARIO PARA REMOVER CUALQUIER MATERIAL INSOLUBLE, INSERTE EL TAPON Y MEZCLE.

PATRON: DEXAMETASONA P.R. SIGA EL METODO "DOS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "DOS" USANDO EL SOLVENTE A<sub>2</sub>. CALCULOS:  $mg = 0.002 C(Au/As)$

ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS:

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 4 mg DE DEXAMETASONA, LLEVE CON 15 ml DE AGUA A UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO LAVADO CON CLORF. (DE ALGODON) A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 200 ml. AFORE CON CLORF. Y MEZCLE. TOMA 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml, EVAPORE A SEQUEDAD, ENFRIE Y DILUYA EL RESIDUO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: DEXAMETASONA P.R. SIGA EL METODO "2BIS"

PROCEDIMIENTO: SIGA METODO "2BIS" EXCEPTO DEJAR EN LA OSCURIDAD 45min. CALCULOS:  $mg = 0.4C(Au/As)$

IDENTIFICACION: C.C.F. DE DEXAMETASONA MATERIA PRIMA.

DEXAMETASONA FOSFATO SODICO CREMA (USP XIX pp 124)

SOLN. DE FENILHIDRAZINA: A 40 ml DE AGUA AÑADA 60 ml DE  $H_2SO_4$ , 50 ml DE ALC. ISOPROPIL Y 65 mg DE CLORHIDRATO DE FENILHIDRAZINA, MEZCLE.

MUESTRA: UNA PORCION DE CREMA, EQUIVALENTE A 1mg DE FOSFATO DE DEXAMETASONA, LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION CON 7 ml DE SOLN. NaCl (1:10), AÑADA 25 ml DE  $CH_2Cl_2$  AGITE PARA DISPERSAR Y DEJE SEPARAR LA FASE DE CLORURO DE METILO ( $CH_2Cl_2$ ) Y DESCARTE, REPITA LA EXTRACCION CON 25 ml DE  $CH_2Cl_2$ , DESCARTE NUEVAMENTE LA FASE CLORURO, TRANSFIERA LA FASE ACUOSA A UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 10 ml, ENJUAGUE EL EMBUDO CON 2ml DE AGUA, AÑADA LOS ENJUAGUES AL MATRAZ, AFORE CON AGUA Y MEZCLE.

PATRON: FOSFATO DE DEXAMETASONA P.R. 100 mg, A UN MATRAZ DE 100 ml, DISUELVA EN 1 ml DE SOLN. DE NaOH (1:250), AFORE CON AGUA Y MEZCLE. TOME 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 100ml, AFORE CON AGUA Y MEZCLE --- PARA OBTENER UNA SOLN. CON UNA CONC. DE 100 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: TOME 2 ml DE CADA UNA DE LAS SOLN. (MUESTRA, PATRON Y BLANCO: AGUA) EN TUBOS DE ENSAYE Y ADICIONE 5 ml SOLN. FENILHIDRAZINA, INSERTE LOS TAPONES, MANTENGA LOS TUBOS EN BAÑO DE AGUA A  $60^\circ$  X 2hr Y ENFRIE. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. A 410 nm. CALCULOS:  $mg = 0.01C(Au / As)$

IDENTIFICACION: PREPARE UNA SOLN. AMORTIGUADORA pH 9 (DISUELVA 3.1g DE AC. BORICO, 203mg DE CLORURO DE Mg 860 mg DE NaOH EN AGUA PARA TENER 1000 ml). DISUELVA 50 mg DE ENZIMA FOSFATASA ALCALINA EN 50 ml DE -- SOLN. AMORTIGUADORA, TRANSFIERA 5 ml DE LA SOLN. RESULTANTE A UN TUBO DE ENSAYE DE 50 ml CON TAPON Y QUE CONTIENE 5 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO, INCUBE A  $37^\circ$  POR 45 min. DESPUES, AÑADA 25 ml DE  $CH_2Cl_2$  Y AGITE POR 2 min. EL  $CH_2Cl_2$  EXTRAIDO RESPONDERA A LAS PRUEBAS DE SOLN. INY. DE FOSFATO DE SODIO DE LA DEXAMETASONA COMENZANDO CON "EVAPORE 15 ml..."

---

DEXAMETASONA FOSFATO DE SODIO SOLN. INY. (USP XIX pp 125)

SOLN. AMORTIGUADORA pH9 CON Mg: SIGA LA DE FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA EN EL ENSAYO DE VALORACION. SOLN. FOSFATASA ALCALINA: 250 mg EN UN MATRAZ VOLUMETRICO DE 25 ml Y DISUELVA CON LA SOLN. ANTERIOR A VOL. (LA SOLN. DEBERA SER DE RECIENTE PREPARACION Y SUSTANCIAS FRESCAS.)

MUESTRA: UN VOL. EQUIVALENTE DE 20 mg FOSFATO DEXAMETASONA, EN UN MATRAZ DE 200 ml, AFORE CON AGUA, TOME 10 ml DE ESTA SOLN. Y LLEVELA A UN EMBUDO DE SEPARACION DE 125 ml, LAVE CON 2 PORCIONES DE 25 ml DE CLORURO DE METILO Y DESCARTE LOS LAVADOS.

PATRON: FOSFATO DE DEXAMETASONA P.R. (50 mg) EN MATRAZ DE 100 ml, AÑADA 5 ml DE AGUA, 5 GOTAS DE S.T. DE NaOH, AFORE CON AGUA, MEZCLE. TOME 10 ml A MATRAZ DE 50 ml, AFORE CON AGUA, MEZCLE.

PROCEDIMIENTO: TOMÉ UNA ALICUOTA DE 3 ml DE MUESTRA, DE PATRON (BLANCO: 50 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  EVAPORADOS Y DISUELTOS EN ALCOHOL 25 ml.) Y LLEVE A SENDOS EMBUDOS DE SEPARACION QUE CONTIENEN 8 ml DE SOLN. DE FOSFATASA ALCALINA Y TRATELAS DE LA MANERA SIGUIENTE: DEJE A TEMP. AMB. POR 2 HORAS, EXTRAIGA CON 2 PORCIONES DE 25 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO DE ALGODON LAVADO CON  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  A UN MATRAZ, EVAPORE LA SOLN. SOBRE UN BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 25 ml DE ALCOHOL.

TOMÉ 20 ml DE LAS SOLN. RESPECTIVAS Y SIGA EL METODO " 2BIS" COMENZANDO CON "ANADA 2 ml DE SOLN. PREPARADA POR DISOLVER 50 mg..." CALCULOS:  $\text{mg} = 0.2 (C/V)(\text{Au}/\text{As})$  EN CADA ml DE LA SOLN. INYECTABLE.

IDENTIFICACION: 5 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO EN UN TUBO DE 50 ml, ANADA FOSFATASA ALCALINA 5 ml, PREPARADA POR DISOLN. DE 50 mg DE FOSFATASA ALCALINA, Y 50 ml DE SOLN. AMORTIGUADORA pH 9 CON Mg. DEJE REPOSAR A  $37^\circ$  POR 45 min. EXTRAER CON 25 ml DE CLORURO DE METILENO, SIGA LA C.C.F.

MUESTRA: EVAPORE 15 ml DE LA SOLN. DEL CLORURO DE METILENO EXTRAIDO, DILUYA RESIDUO EN 1 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$

PATRON: FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA P.R. EN CLORURO DE METILO EN CONC. DE 300 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: C.C.F. 5 ml... SIST. SOLV. (CLORF.-ACET.-AGUA) 50:50:1...  $R_1$ ...  $105^\circ$  POR 10 min.

---

DEXAMETASONA FOSFATO SODICO UNGUENTO OFTALMICO (USP XIX pp 125)

MUESTRA: UNA PORCION DEL UNGUENTO PESADA, EQUIVALENTE A 1 mg DE FOSFATO DE DEXAMETASONA, EN UN EMBUDO DE SEPARACION DE 125 ml CONTENIENDO 25 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , DISUELVA Y ANADA 10 ml DE AGUA, AGITE PARA EXTRAER LA SAL DE DEXAMETASONA. DESCARTE EL CLORURO, SIGA EXTRAYENDO LA FASE ACUOSA CON 25 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  Y DESCARTE EL CLORURO.

PATRON: SIGA EL DEL ENSAYO DE LA CREMA DE FOSFATO DE SODIO DE DEXAMETASONA.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL ENSAYO DE LA CREMA DE FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA, CALCULOS:  $\text{mg} = 0.01C(\text{Au}/\text{As})$

IDENTIFICACION: SIGA LA DE LA CREMA DE FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA.

---

DEXAMETASONA FOSFATO SODICO SOLUCION OFTALMICA (USP XIX pp 126)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO, EQUIVALENTE A 5 mg DE FOSFATO DE DEXAMETASONA, A UN EMBUDO DE SEPARACION DE -- 125 ml, CONTENIENDO 25 ml DE AGUA. EXTRAIGA CON DOS PORCIONES DE 25 ml DE  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , DESCARTE LAS EXTRACCIONES DE CLORURO CADA VEZ. TRANSFIERA LA FASE ACUOSA A UN MATRAZ DE 50 ml, AFORE CON AGUA, MEZCLE.

PATRON: SIGA EL DEL ENSAYO DE LA CREMA DE FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DE LA CREMA DE FOSFATO DE SODIO DE DEXAMETASONA. CALCULOS:  $\text{mg} = 0.05(C/V)(\text{Au}/\text{As})$

IDENTIFICACION: SIGA LAS PRUEBAS DE LA CREMA DE FOSFATO SODICO DE DEXAMETASONA (NUESTRA LA DE ENSAYO)

FLUDROCORTISONA ACETATO TABLETAS (USP XIX pp 200)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 35 TABLETAS, EQUIVALENTES A 2.5mg DE ACETATO DE FLUDROCORTISONA EN UN MATRAZ AÑADA 50 ml DE ACETONITRILLO (PREPARADA PARA ESPECTROFOTOMETRIA) Y AGITE MAGNETICAMENTE POR 45 min. FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO POROSO HASTA COLECTAR 40 ml, TRANSFIERA 25 ml A UN MATRAZ DE FONDO REDONDO DE 125 ml, AJUSTE CON UN "ENSAMBLE ADELGAZANTE PATRON". ENFRIE A 5°, EVAPORE A SEQUEDAD EN UN SECA--DOR EN ESTADO DE CONGELACION Y CONTINUE POR 15 min. DESPUES DEL SECADO. DISUELVA EL RESIDUO EN 25 ml DE ALCOHOL.

PATRON: DISUELVA 25 mg DE ACETATO DE FLUDROCORTISONA P.R. (SECADO AL VACIO A 100°) AÑADA 100 ml ALC. DILUYA 10 ml DE LA SOLN. RESULTANTE CON ALCOHOL A 50 ml.

PROCEDIMIENTO: NOTA: USE MATERIAL DE VIDRIO BAJO ACTINICO A TRAVES DE TODO EL ENSAYO.

TRANSFIERA 5 ml DE MUESTRA, PATRON Y BLANCO (ALCOHOL) POR SEPARADO A MATRACES DE 25 ml Y TRATELOS: AÑADA 1 ml DE LA MEZCLA (35 mg DE AZUL DE TETRAZOLIO / 10 ml DE ALCOHOL), MEZCLE Y ADICIONE 1 ml DE LA MEZCLA (3 VOL. DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO / 97 VOL. DE ALC.), MEZCLE Y DEJE EN LA OSCURIDAD POR UNA HORA, AÑADA 2 ml DE ALC. Y 1 ml SOLN. HCl DIL. EN ALC. (2:250), MEZCLE Y AFORE CON CLORF. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. A UN MAX. DE 525 nm . REALIZE CALCULOS: mg = 0.05 C (Au / As)

IDENTIFICACION: MUESTRA POLVO DE LAS TABLETAS, EQUIVALENTE A 1 mg DE ACETATO DE FLUDROCORTISONA, A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 15 ml, ADICIONE 10 ml DE ACETONA, AGITE MECANICAMENTE 3 min. CENTRIFUGE LA MEZCLA.

PATRON: ACETATO DE FLUDROCORTISONA P.R. EN ACETONA A UNA CONC. DE 100 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO DCS...C<sub>2</sub>...20 ml...15 cm...SECADO AL AIRE...EXAMEN BAJO LUZ UV.

---

FLUDROCORTISONA TABLETAS (B.P. pp 206)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 3 mg DE ACETATO DE FLUDROCORTISONA, AÑADA 10 ml DE AGUA Y SIGA EL METODO DESCRITO PARA TABLETAS DE CORTISONA EXCEPTO: "SOLN. ENTRE 440 y 460 mcg"

PATRON: ACETATO DE FLUDROCORTISONA P.R. EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS CON UNA CONC. IGUAL A LA MUESTRA.

PROCEDIMIENTO: SIGA METODO "A" (DEJE DESARROLLAR EL COLOR A 30° POR 1 HORA ANTES DE PROCEDER).

IDENTIFICACION: EL RESIDUO DEL ENSAYO SIGUE LAS PRUEBAS DE ACETATO DE FLUDROCORTISONA.

---

PIVALATO DE FLUMETASONA CREMA (NF XIV pp 287)

SOLVENTE ACETONITRILLO: SATURE ACETONITRILLO CON ISOOCCTANO

SOLVENTE ISOOCCTANO : SATURE ISOOCCTANO CON ACETONITRILLO

SOLN. 4 - AMINOANTIPIRINA: 200 mg DE 4 - AMINOANTIPIRINA EN HCl METANOLICO (1:100) HACER 50 ml.



MUESTRA: PESE UNA CANTIDAD DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 400 mcg DE PIVALATO DE FLUMETASONA, A UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 50 ml CON TAPON. PONGA EN TUBO EN UN DESECADOR AL VACIO, SEQUE LA MUESTRA AL VACIO SOBRE SILICA GEL HASTA OBTENER UN 70 % MENOS DE SU PESO NORMAL.

PATRON: PIVALATO DE FLUMETASONA P.R. EN SOLVENTE ACETONITRILO, DILUYA Y AFORE CON SOLVENTE ACETONITRILO PARA OBTENER UNA CONC. DE 40 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: LLEVE A CABO LAS EXTRACCIONES EN TUBOS DE CENTRIFUGA DE 50 ml, CON TAPON. LA PORCION A DETECTAR SERA INTRODUCIDA A UNA JERINGA HIPODERMICA (TRATADA CON AUMENTO EN LA PUNTA SONDA DE 14, 15 cm NECESARIAMENTE), AÑADA 10 ml DE SOLV. ACETONITRILO, A CADA UNA DE LAS SOLN. ADICIONE 25 ml DE SOLV. ISOOCTANO A CADA TUBO (MUESTRA Y PATRON RESPECTIVAMENTE) AGITE MECANICAMENTE PARA DISPERSION, DESPUES AGITE POR 5 min. PARA SEPARAR LAS CAPAS DE ACETONITRILO Y FILTRE POR ALGODON PREVIAMENTE SAT. CON -- SOLV. ACETONITRILO A UN MATRAZ DE 25 ml VOLUMETRICO. REPITA LA EXTRACCION CON 10 ml DE SOLV. ACETO-- NITRILO Y MEZCLE. FILTRE Y COMBINE LOS EXTRACTOS CON EL EXTRACTO PRINCIPAL, AFORE LAS SOLN. CON EL -- SOLV. ACETONITRILO Y MEZCLE. TRANSFIERA 10 ml DE CADA SOLN. POR SEPARADO A TUBOS DE 20 ml Y UN 3er MATRAZ CON SOLV. ACETONITRILO (BLANCO), EVAPORE SOBRE UN BAÑO DE AGUA A 75° Y CON AYUDA DE FLUJO DE NITROGENO, ADICIONE 5 ml DE LA SOLN. 4 - AMINOANTIPIRINA, TAPE Y AGITE HASTA DISOLN. Y DEJE REPOSAR -- POR 1 HORA. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. A UN MAX. DE 390 nm. CALCULOS:  $mg = 0.01C(Au / As)$

IDENTIFICACION: MUESTRA PORCIÓN DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 400 mcg DE PIVALATO DE FLUMETASONA, EN UN TUBO DE CENTRIFUGA DE 50 ml, TRATELO COMO EN EL ENSAYO Y COLECTE LOS EXTRACTOS EN UN TUBO DE CENTRI-- FUGA DE 50 ml, EVAPORE Y EL RESIDUO DISUELVALO EN 20 ml DE ACETONITRILO CON LA AYUDA DE CALENTAMIENTO ENFRIE Y CENTRIFUGE. DEJE REPOSAR Y SIGA PROCEDIMIENTO.

PATRON: PIVALATO DE FLUMETASONA P.R. EN CLORF.-MeOH (1 a 4) TENEINDO UNA CONC. DE 200 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO SEIS...50 mcg...B<sub>6</sub>...LOCALIZACION BAJO LUZ UV.

FLUOCINOLON ACETONIDA CREMA (USP XIX pág 201)

NaCl METANOLICO: TRANSFIERA 20 ml DE SOLN. NaCl(1:10) A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON MeOH Y MEZCLE.

FASE INTERNA: PARA CADA COLUMNA AL SER USADA, AGITE 180 ml DE HEXANO, 20 ml DE CLORF., 80 ml DIOXANO Y 10 ml DE AGUA EN UN EMBUDO DE SEPARACION, DEJE SEPARAR LAS FASES. RETENGA LAS; LA FASE INTERIOR ES LA --

INTERNA FASE MOVIL: USE LA CAPA SUPERIOR DE LA SOLN. ANTERIOR DETERMINANDO SU CONVENIENCIA POR. -- EVAPORE 20 ml A SEQUEZAD, DISUELVA EL RESIDUO EN 5 ml DE ALC. DETERMINE LA ABS. MAX. A 238 nm. USANDO COMO BLANCO ALCOHOL, CONVIENE COMO FASE MOVIL SI LA ABS. ES NO MAS DEL 0.05



COLUMNAS CROMATOGRÁFICAS: CON UNA PLANCHA DE FIBRA DE VIDRIO EN LA PUNTA DE LA COLUMNA DE 50 X 1.9cm MEZCLE 15 g DE TIERRA DE SILICIAS CON 10 ml DE LA FASE INTERNA, EMPAQUE LA MEZCLA EN LA COLUMNA A UNA ALTURA DE 18 cm., LAVE LA COLUMNA CON 75 ml DE FASE MOVIL, DEJE SIEMPRE UN ESPACIO EN EL TOPE.

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 2 mg DE FLUOCINOLON ACETONIDA EN UN EMBUDO DE SEPARACION, AÑADA 50 ml DE CICLOHEXANO, 25 ml DE MeOH Y 1 ml DE SOLN. SAT. DE NaCl. AGITE A DISPERSION Y DEJE SEPARAR LAS CAPAS, TRANSFIERA LA CAPA INFERIOR (METANOLICA) A UN 2º EMBUDO Y EXTRAIGA LA CAPA DE CICLOHEXANO CON 15 ml DE SOLN. DE NaCl METANOLICO Y COMBINE LA CAPA INFERIOR CON EL 1er EXTRACTO. DILUYA LOS COMBINADOS EXTRAIDOS CON 100 ml DE UNA SOLN. DE SULFATO DE POTASIO-ALUMINIO (1:20) EXTRAER ESTA SOLN. CON 4 PORCIONES DE 20 ml DE CLORF. FILTRE CADA EXTRACTO A TRAVES DE Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH. (10 g) A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF. Y MEZCLE.

PATRON: ACETONIDA DE FLUCCINOLONA P.R. 10 mg EN ALC. EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON ALCOHOL, MEZCLE.

PROCEDIMIENTO: EN VASOS SEPARADOS PONGA.- UN VOL. EQUIVALENTE A 500 mcg DE ACETONIDA DE FLUCCINOLONA -- COMO SOLN. DE MUESTRA. Y EN OTRO 5 ml DEL PATRON. EVAPORE AMBOS A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR. Y DISUELVA EL RESIDUO EN PORCIONES DE 2 ml DE FASE INTERNA, POR CALENTAMIENTO SOBRE BAÑO DE VAPOR Y MEZCLE CON 3 PORCIONES DE LA TIERRA DE SILICIAS, ADICIONE LAS DOS MEZCLAS A LA COLUMNA Y UNA PLANCHA DE FIBRA DE VIDRIO Y ELUYA LA COLUMNA CON FASE MOVIL, DESCARTE LOS PRIMEROS 100 ml, Y COLECTE LOS SEGUNDOS 100 ml. TOME 20 ml DE CADA UNO DE LOS ELUYENTES Y LLEVE A SENDOS FCOS. DE ACETILACION, EVAPORE CON MUCHA PRECAUCION SOBRE EL BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD. DISUELVA LOS RESIDUOS EN 5 ml DE ALCOHOL. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. A UN MAX. DE 238 nm. CALCULOS :  $mg = 0.5(C/V)(Au/As)$

IDENTIFICACION: MUESTRA UNA CANTIDAD DE CREMA, EQUIVALENTE A 0.5 mg DE ACETONIDA DE FLUCCINOLONA, EN UN TUBO DE CENTRIFUGA Y DISPERSE CON 5 ml DE AGUA, EXTRAER CON 10 ml DE CLORF., LLEVE LAS CAPAS CLORFORMICAS A UN 2º MATRAZ LAVE CON 10 ml DE AGUA Y SEQUE CERCA DE 2 ml DE EXTRACTO CLOROFORMICO SOBRE 200 mg DE Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH. LOS EXTRACTOS SECOS RESPONDEN A LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD C.C.F. (USP XIΔ pp 617)

---

FLUCCINOLON ACETONIDA UNGUENTO (USP XIX pp 202)

MUESTRA: 2 g DE UNGUENTO A UN EMBUDO DE SEPARACION DE 250 ml, AÑADA 4 ml DE AGUA, 50 ml DE CICLOHEXANO Y 25 ml DE MeOH, PROCEDA COMO EN LA MUESTRA DE LA CREMA DE FLUCCINOLON ACETONIDA.

PATRON : Y TODAS LAS SOLN. LLEVADAS A CABO EN LA CREMA DE FLUCCINOLON ACETONIDA. Y EL PROCEDIMIENTO.

IDENTIFICACION : RESIDUO EN 1 ml CLORF. SIGUE C.C.F. (USP XIX pp 617) METODO TRES..A<sub>3</sub>..50 ml

FLUOCINOLON ACETONIDA SOLUCION TOPICA (USP XIX pp 202)

MUESTRA: UN VOL. EQUIVALENTE A 500 mcg DE FLUOCINOLON, A UN EMBUDO DE SEPARACION Y 50 ml DE AGUA, EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. FILTRE A TRAVES DE  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ANH. Y COMBINELOS EN UN PCO. DE ACETILACION, EVAPORE A SEQUEDAD EN BAÑO DE VAPOR Y AYUDA DE FLUJO DE NITROGENO A 2 ml, ENFRIE. LLEVE A UN MATRAZ PORCIONES PEQUEÑAS Y EVAPORE A SEQUEDAD.

PATRON: Y PROCEDIMIENTO SIMILARES A LA CREMA DE FLUOCINOLON ACETONIDA. ASI COMO LA IDENTIFICACION.

FLUOROMETALONA: CREMA ( NF. XIV pp 289)

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE CREMA, EQUIVALENTE A 500 mcg DE FLUOROMETALONA, EN UN MATRAZ DE 100 ml, AÑADA -- 40 ml DE MeOH, CALIENTE EN BAÑO DE AGUA (ENCIMA) AGITE PARA DISOLN. COMPLETA, DEJE ENFRIAR A TEMP. AMB. AFORE CON MeOH, MEZCLE. ENFRIE ESTA SOLN. EN BAÑO DE AGUA HELADA POR 30 min. FILTRE Y DEJE A LA TEMP. AMB. USANDO EL FILTRADO PARA LAS PRUEBAS.

PATRON: FLUOROMETALONA P.R. EN ALCOHOL TENIENDO UNA CONC. DE 20 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: TRANSFIERA 5 ml DEL PATRON A UN MATRAZ Y OTROS 20 ml DE MUESTRA A OTRO MATRAZ DE 50ml

EVAPORE SOBRE BAÑO DE VAPOR Y SIGA EL PROCEDIMIENTO DE FLUOROMETALONA METODO "I" DE LOS ENSAYOS DE VAL

IDENTIFICACION: MUESTRA CANTIDAD DE CREMA EQUIVALENTE A 1.5 g DE FLUOROMETALONA EN UN EMBUDO Y DISPERSE CON AGUA (5 ml) Y EXTRAER CON 20 ml DE CLOROF., RETIRE LA CAPA CLOROFORMICA Y EVAPORE A SEQUEDAD -- AÑADA 3 ml DE MeOH, CALIENTE PARA DISOLVER EL RESIDUO, ENFRIE LA SOLN. EN UN BAÑO DE AGUA HELADA Y FILTRE SIGA EL PROCEDIMIENTO DE C.C.F. DE LA FLUOROMETALONA.

FLURANDRENOLONA CREMA (USP XIX pp 210)

SOLN. DE AZUL DE TETRAZOLIO Y LA DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO SIGA EL METODO "E" DE ENSAYO DE VALORACION. SOLN. HAC - CLORF. (1:200) LAVE EL CLORF. CON AGUA Y RETIRE LO MAS POSIBLE CUALQUIER ALCOHOL QUE ESTE PRESENTE Y SEQUE SOBRE  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ANH. TRANSFIERA 50 ml DE HAC. A UN MATRAZ DE UN LITRO, DILUYA -- CON CLORF. LAVADO Y SECADO A VOL., MEZCLE PERFECTAMENTE LA SOLN.

ALCOHOL - CLOROFORMO (1:20): TRANSFIERA 5 ml DE ALC. DEHIDRATADO A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON LA SOLN. DE ALCOHOL - CLOROFORMO (1:200) Y MEZCLE.

ALCOHOL - CLOROFORMO (1:200): LAVE EL CLORF. CON AGUA PARA REMOVER CUALQUIER ALC. PRESENTE Y SEQUE -- SOBRE  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ANH. TRANSFIERA 5 ml DE ALC. DEHIDRAT. A UN MATRAZ DE 1000 ml, AFORE CON CLORF. SECO Y LAVADO Y MEZCLE.

ADSORBENTE: (USP XIX pp 210) ASI COMO LA PREPARACION DE LA COLUMNA CROMATOLOGRAFIA.

SUAVEMENTE AÑADA, CON AGITACION CTE, SILICATO DE Mg ACTIVADO A UN VASO CONTENIENDO UN VOL. DE HCl -- IGUAL AL DEL SILICATO, CALENTAR EN VAPOR (BAÑO) POR 15 min. AGITE PARA PREVENIR SALPICADURAS. LLENE EL PICO DEL EMBUDO CON FIBRA DE VIDRIO (LAVADA CON HCl, AGUA, ALC. DEHIDRATADO Y ALCOHOL-CLOROFORMO) 1:200) COLOQUE A EL PICO UN EMBUDO DE VINIL "CABEZA DE TORNILLO" CIERRE ESTA Y AÑADA HCl HASTA RETIRAR EL -- ULTIMO COLOR AMARILLO Y SEA TOTALMENTE INCOLORO, SIGA LAVANDO HASTA LIBERAR DE CLORUROS Y POR ULTIMO- LAVE CON ALC. DEHIDRATADO Y ALCOHOL-CLOROFORMO(1:200), SEQUE A TEMP. DE 100° DURANTE 16 HORAS.

COLUMNAS CROMATOGRAFICAS: EMPAQUE LAMINAS O PLANCHAS DE FIBRA DE VIDRIO, LAVADAS COMO LA TECNICA DEL ADSORBENTE PARA LA BASE DE LOS TUBOS DE 1.2 X 30 cm, EQUIPADO CON UNA LLAVE DE CIERRE. ADICIONE A CA DA TUBO UNA SUSPENSION CONSISTENTE EN: 4 g DE ADSORBENTE Y ALCOHOL-CLOROFORMO) DEJE FIJAR EL ADSORBEN TE Y GOLPEE LOS TUBOS LIGERAMENTE PARA UNIFORMAR, INSERTE UNA LAMINA DEL FILTRO DE FIBRA DE VIDRIO -- PREVIAMENTE LAVADA A EL TOPE DE CADA TUBO. PRECAUCION: NO DEJE QUE EL TOPE DEL ADSORBENTE COMIENZE A -- SECAR DURANTE LA PREPARACION DE LA COLUMNA CROMATOGRAFICA.

MUESTRA: UNA PORCION PESADA DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 1 mg DE FLURANDRENOLONA A UN MATRAZ DE 50 ml, A ÑADA 30 ml DE ALCOHOL -CLORF. (1:200), E INSERTE EL TAPON, AGITANDO CON MOVIMIENTO MECANICO POR 10 min. FILTRE A UN MATRAZ DE 50 ml, A TRAVES DE UN FILTRO DE FIBRA DE VIDRIO PORO GRUESO Y CONTENIENDO 20 g DE Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH. (PREVIO LAVADO CON ALC.-CLORF.) AFORE CON LA MISMA SOLN. Y MEZCLE. ADICIONE 10 ml A LA COLUMNA Y AJUSTE EL FLUJO DE LA MISMA A 50 GOTAS / min. AÑADA 2 ml DE LA SOLN. HAc -CLOROFORMO -- DEJANDO QUE CADA PORCION DESALOJE DE LA COLUMNA Y DESPUES ADICIONE 40 ml MAS, CUANDO DESAPAREZCA AÑADA 2 ml SOLN. ALC.-CLORF. (1:20) DEJANDOLE CANALIZAR Y DESCARTANDO LOS LAVADOS DE LA COLUMNA, CONTINUE A- DICIONANDO ALC. -CLORF. (1:20) HASTA QUE EL ELUYENTE LLENE EL FCO. A LA MARCA Y MEZCLE LA SOLN.

PATRON: TRANSFIERA 10 mg DE FLURANDRENOLIDA P.R. A UN MATRAZ DE 100 ml Y AÑADA 20 ml DE ALC.-CLORF. -- (1:200), TRANSFIERA 10 ml DE ESTA SOLN. A UN MATRAZ DE 50 ml Y AÑADA 20 ml DE ALC.-CLORF. (1:200) ---- PROCEDA COMO EN LA MUESTRA COMENZANDO CON "FILTRE A UN MATRAZ DE 50 ml..."

PROCEDIMIENTO: TRANSFIERA 5 ml DE CADA SOLN. POR SEPARADO A MATRACES VOLUMETRICOS DE 10 ml, Y USARA CO MO BLANCO 5 ml DE SOLN. ALC. - CLORF. (1:200). USANDO CALOR MODERADO Y UNA CORRIENTE DE AIRE, EVAPORE A SEQUEDAD, quite el calor y complete con ayuda de aire hasta que el olor de acetico no sea muy per-- ceptible, DISUELVA CADA RESIDUO EN 5 ml DE ALCOHOL DEHIDRATADO, AÑADA 1 ml DE AZUL DE TETRAZOLIO, MEZCLE PROCEDA COMO EL METODO "E" COMENZANDO "CALIENTE EN BAÑO DE AGUA 40°.." CALCULOS: mg=0.125C(Au /As)

IDENTIFICACION: LA MUESTRA DADA EN EL ENSAYO EXHIBE MAX, ABS. DE 520 nm.

FLURANDRENOLIDA UNGUENTO (USP XIX pp 211)

MUESTRA: UNA PORCION PESADA, EQUIVALENTE A 1 mg DE FLURANDRENOLIDA EN UN MATRAZ DE 125 ml, ADICIONE 25 ml DE ALC., CALIENTE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR HASTA LICUIFICACION DE LA MUESTRA, AGITE MECANICAMENTE POR 5 min. CALENTANDO EL FCO. A INTERVALOS PARA MANTENER LOS CONTENIDOS EN ESTADO SEMI-LIQUIDO, ENFRIE EN BAÑO DE AGUA HELADA A 10°, DECANTE LA SOLN. DE ALCOHOL A TRAVES DE PAPEL FILTRO No 1, COLECTE LOS FILTRADOS EN UN EMBUDO DE SEPARACION DE 250 ml, TRATE EL REMANENTE DEL FCO. CON 2 PORCIONES DE 25 ml DE ALCOHOL, FILTRE CADA SOLN. AL EMBUDO. LAVE EL FILTRADO CON 2 PORCIONES DE 5 ml DE ALC. AÑADIENDO LOS LAVADOS AL EMBUDO, ADICIONE 1 ml DE SOLN. HCl DIL.(1;20) Y 150 ml DE AGUA, EXTRAIGA CON 25 ml DE SOLN. ALC.-CLORF.(1:200), AGITE POR 3 min. FILTRE LA CAPA DE CLORF. A UN MATRAZ DE 100ml ( A TRAVES DE UN EMBUDO CON FILTRO DE FIBRA DE VIDRIO CON PORO GRUESO Y CUBIERTO CON Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH, 20g) EXTRAER CON 2 -- PORCIONES DE 25 ml DE ALCOHOL-CLORF.(1:200) FILTRE AL INTERIOR DEL MATRAZ (LOS ENJUAGUES CON LA SOLN. ANTERIOR TAMBIEN AÑADALOS AL MATRAZ) AFORE CON LA MISMA SOLN. Y MEZCLE PERFECTAMENTE. TRANSFIERA 20 ml A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE EL CONTENIDO SOBRE UN BAÑO DE VAPOR Y AYUDA DE AIRE, A SEQUEDAD. DISUELVIA EL RESIDUO EN 6 ml DE ALC.-CLORF.(1:200) Y LLEVE A LA COLUMNA, ENJUAGUE CON 2 PORCIONES DE 2ml DE LA MISMA SOLN. Y AÑADALOS A LA COLUMNA, AJUSTE EL FLUJO A 50 GOTAS / min. ADICIONE DESPUES 2 PORCIONES DE 2 ml DE ALC.-CLORF.(1:200) DEJANDO QUE CANALIZEN Y ADICIONE 40 ml DE LA MISMA SOLN. Y -- CUANDO ESTA SOLN. DESAPAREZCA DE LA COLUMNA AÑADA 2 ml DE ALC.-CLORF.(1:20) Y QUE CANALIZE EN LA COLUMNA DESCARTANDO LOS LAVADOS, RECIBA LAS SOLN. EN UN MATRAZ DE 25 ml. CONTINUE ADICIONANDO ALC.-CLORFORMO(1;20) HASTA QUE EL ELUYENTE LLEGUE A LA MARCA DEL MATRAZ, INSERTE EL TAPON Y MEZCLE.

PATRON: 10 mg DE FLURANDRENOLIDA P.R. EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON ALCOHOL. TRANSFIERA 10 ml DE ESTA SOLN. A UN EMBUDO DE SEPARACION CONTENIENDO 75 ml DE ALC. SIGA LA PREPARACION DE MUESTRA COMENZANDO CON" Y DESPUES AÑADA AL EMBUDO 1 ml DE HCl DIL(1;20)..."

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DE LA CREMA DE FLURANDRENOLIDA REALIZE LOS CALCULOS: mg= 0.125C(Au/As)

IDENTIFICACION: RESPONDE A LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD DE LA CREMA DE FLURANDRENOLIDA.

---

HIDROCORTISONA CREMA (USP XIX pp 273 y B.P.C. 1973 pp 659)

MUESTRA : UNA PORCION PESADA DE LA CREMA, EQUIVALENTE A 5 mg DE HIDROCORTISONA EN 50 ml DE ALCOHOL. CALIENTE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR PARA DISPERSION DE LA MUESTRA, ENFRIE Y FILTRE A UN MATRAZ DE 100 ml REPITA LA EXTRACCION CON 2 PORCIONES DE 20 ml DE ALCOHOL, AFORE CON ALCOHOL Y MEZCLE. TOME 20 ml Y -- LLEVE A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON ALC. TOME 20 ml Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml.

PATRON: SIGA EL METODO "2BIS" CON HIDROCORTISONA P.R.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "2BIS" O "B" REALIZE CALCULOS:  $mg = 0.5 C(Au / As)$

IDENTIFICACION: UNA CANTIDAD DE MUESTRA, EQUIVALENTE A 5 mg DE HIDROCORTISONA EN 5 ml DE ALCOHOL, CALIENTE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR POR 5 min. ENFRIE Y FILTRE USANDO COMO SOLN. DE MUESTRA.

PATRON: C.C.F. METODO DOS...5 mcl.. A<sub>7</sub>.... R<sub>8</sub>

---

HIDROCORTISONA ENEMA (USP XIX pp 237)

MUESTRA: UNA PORCION, EQUIVALENTE A 20 mg DE HIDROCORTISONA, EN UN EMBUDO DE SEPARACION CON 25 ml DE AGUA, EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 24 ml DE CLORF., FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO DE ALGODON LAVADO CON CLOROF. A UN MATRAZ DE 200 ml, AFORE CON CLORF. Y MEZCLE. TOME 20 ml EN UN MATRAZ DE 100 ml Y AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOME 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml CON TAPON Y EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, ENFRIE Y EL RESIDUO DISUELVALO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: HIDROCORTISONA P.R., ESTE Y EL PROCEDIMIENTO SIGUEN METODO "2BIS", CALCULOS:  $mg = 2C(Au/As)$

IDENTIFICACION: RESPONDE A LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD DE LA LOCION DE HIDROCORTISONA.

---

HIDROCORTISONA LOCION (USP XIX pp 237 Y B.P.C. 1973 pp 728)

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE LOCION, EQUIVALENTE A 20 mg DE HIDROCORTISONA SIGA LA PREPARACION DEL ENEMA.

PATRON: HIDROCORTISONA P.R. SIGA EL DEL METODO " 2 BIS" ASI COMO EL PROCEDIMIENTO:  $mg = 2 C(Au / As)$

IDENTIFICACION: MUESTRA UNA CANTIDAD DE LOCION EQUIVALENTE A 5 mg DE HIDROCORTISONA, EN UN EMBUDO DE SEPARACION CONTENIENDO 10 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, AGITE Y DEJE SEPARAR LAS CAPAS, FILTRE EL EXTRACTO DE CLORURO A TRAVES DE UNA COLUMNA (EMPACADA CON SILICATO DE Mg ACTIVADO 2g), LAVADA CON 25 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> Y UNA LIGERA PRESION DE AIRE, DESCARTE LOS LAVADOS Y ELUYA LA HIDROCORTISONA CON MeOH, USANDO COMO PATRON HIDROCORTISONA P.R. EN 10 ml DE MeOH TENIENDO UNA CONC. 500mcg/ml. SIGA LA C.C.F. DE HIDROCORTISONA (48).

---

HIDROCORTISONA PASTILLAS BUCALES (B.P.C. 1968 pp 1151)

C.C.F.: POLVO EQUIVALENTE A 0.025 g DE HIDROCORTISONA /10 ml EtOH, USE EL FILTRADO (VOL. 5 mcl)..G<sub>1</sub>..R<sub>1</sub>

PATRON: SUCCINATO SODICO DE HIDROCORTISONA

---

HIDROCORTISONA SUPOSITARIOS (B.P.C. 1973 pp 797)

SIGA EL ENSAYO DE VALORACION DE LA CREMA DE HIDROCORTISONA, USANDO U SUPOSITORIO

IDENTIFICACION: POR C.C.F. DE LA HIDROCORTISONA (48)

---

HIDROCORTISONA TABLETAS (USP XIX pp238)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 20 mg DE HIDROCORTISONA, LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION DE 125 ml, CON AYUDA DE 15 ml DE AGUA Y SIGA EL PROCESO DE PREPARACION DE LA CREMA DE HIDROCORT. PATRON: HIDROCORTISONA P.R., SIGA EL METODO "DOS" TAMBIEN PARA EL PROCEDIMIENTO:  $mg = 0.01C(Au/As)$ ,  $A_2$  COMO SOLVENTE. IDENTIFICACION: C.C.F. HIDROCORTISONA (48).

ESTEROIDES EXTRANOS Y OTRAS IMPUREZAS: MUESTRA TOMA 10 ml DE CLORF. EXTRAIDO DE LAS TABLETAS, EN LA MUESTRA DEL ENSAYO DE VAL. Y LLEVE A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOMA 10 ml DE LA SOLN. Y DISUELVA EN UN MATRAZ DE 50 ml. EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO CON 20 ml DE ALCOHOL. PARA PATRON Y PROCEDIMIENTO SIGA LOS MISMOS DEL METODO "2BIS"

HIDROCORTISONA UNGUENTO ( B.P. pp 229)

MUESTRA: PROTEGER DE LA LUZ A TRAVES DE TODO EL ENSAYO, TOMA UNA CANTIDAD DE UNGUENTO, EQUIVALENTE A 10 ml DE HIDROCORTISONA, EN UN MATRAZ CON 20 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, CALIENTE SOBRE UN BAÑO DE VA-- POR PARA DILUCION COMPLETA, ENFRIE Y DECANTE A TRAVES DE UN FILTRO DE LANA, REPITA LA EXTRACCION CON 3 PORCIONES DE 20 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, COMBINE LOS EXTRACTOS Y AFORE CON ALCOHOL A 100 ml. FILTRE Y AL FILTRADO AÑADA SUFICIENTE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS PARA OBTENER UNA CONCEN. 290 y 310 mcg/10 ml. PATRON: SIGA EL DEL METODO "A" .

IDENTIFICACION: CALENTAR 2 g CON 20 ml DE MeOH, AGITE Y ENFRIE A 0° POR 30 min. FILTRE Y EVAPORE EL FILTRADO A SEQUEDAD, EL RESIDUO CUMPLE CON LA C.C.F. METODO UNO...I...A<sub>1</sub> Y PRUEBA II DEL (7)

HIDROCORTISONA Y NEOMICINA UNGUENTO OPTALMICO (B.P.C. 1973 pp 875)

HIDROCORTISONA Y NEOMICINA GOTAS OTICAS, HIDROCORTISONA Y NEOMICINA GOTAS OPTALMICAS.

SIGUEN LA PRUEBA DE IDENTIFICACION EN C.C.F.

MUESTRA PARA EL UNGUENTO: 2.5 g / 10 ml DE ALC. 95 %, ENFRIE Y DEJE REPOSAR A 0° POR 30 min. FILTRE MUESTRA PARA LAS GOTAS (AMBAS SOLN.): DILUYA EN ALC. 95% PARA TENER UNA SOLN. 0.25 % DE HIDROCORTISONA PATRON: ACETATO DE HIDROCORTISONA P.R. / CLOROFORMO TENIENDO FASE MOVIL A<sub>7</sub>...R<sub>8</sub> (AGENTE REVELADOR)

HIDROCORTISONA ACETATO SOLN. INY. (B.P. pp 229)

SIGUE EL ENSAYO DE VAL. DE LA SOLN. INY. DE ACETATO DE CORTISONA, USANDO ACETATO DE HIDROCORTISONA IDENTIFICACION: FILTRE UN VOL. EQUIVALENTE A 50 mg DE ACETATO DE HIDROCORTISONA A TRAVES DE UN FILTRO DE FIBRA DE VIDRIO, LAVE EL RESIDUO CON 4 PORCIONES DE 5 ml DE AGUA, DISUELVA EN 20 ml DE CLORF. LAVE

LA SOLN. CLOROFORMICA CON 4 PORCIONES DE 10 ml DE AGUA, DESCARTE LOS LAVADOS. FILTRE LA SOLN. CLOROFORMICA A TRAVES DE FILTRO DE ALGODON (LANA) Y EVAPORE EL FILTRADO A SEQUEDAD, EL RESIDUO CUMPLE CON:

I: ESPECTROMETRIA EN EL IR. II: REACCION CARACTERISTICA DE LOS GRUPOS ACETIL (PRUEBA II DEL 2)  
III: C.C.F. METODO UNO... I... B<sub>1</sub>.

---

HIDROCORTISONA ACETATO UNGUENTO ( BP. pp 230)

SIGUE EL ENSAYO DE VALORACION DESCRITO PARA LA HIDROCORTISONA.

MUESTRA: UNA CANTIDAD EQUIVALENTE A 10 mg DE ACETATO DE HIDROCORTISONA, CONC. 440 y 460 mcg / 10 ml.

PATRON : ACETATO DE HIDROCORTISONA P.R. EN IGUAL CONC. QUE LA MUESTRA/AIC. LIBRE DE ALDEHIDOS 10 ml COMPLETE EL ENSAYO SIGUIENDO EL METODO "A", DEJE DESARROLLAR EL COLOR POR UNA HORA A 30°.

IDENTIFICACION: I.- A 1 mg AÑADA 0.4 ml DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, SE PRODUCE UNA SOLN. AMARILLENTO CON FLUORESCENCIA VERDOSA. II.- C.C.F. METODO UNO... SISTEMA SOLV. I... FASE MOVIL B<sub>1</sub>

---

HIDROCORTISONA ACETATO UNGUENTO OFTALMICO ( B.P.C. 1973 pp 699)

IDENTIFICACION: MUESTRA.- SIGA LA MISMA QUE LA CREMA DE ACETATO DE HIDROCORTISONA.

PATRON ACETATO DE HIDROCORTISONA P.R. PROCEDIMIENTO: C.C.F. METODO UNO... A<sub>7</sub>... 5ml... R<sub>8</sub>

ENSAYO DE VALORACION: MUESTRA, PATRON Y PROCEDIMIENTO : SIGA LA DEL UNGUENTO DE ACETATO DE HIDROCORT.

---

HIDROCORTISONA ACETATO SUSPENSION OFTALMICA ( USP XIX pp 240)

SIGA EL ENSAYO DE VALORACION DE LA SUSPENSION ESTERIL DE ACETATO DE HIDROCORTISONA.

IDENTIFICACION: EVAPORE UN VOL. DE 50 ml DE LA PREPARACION DE MUESTRA DEL ENSAYO SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, JUSTO A SEQUEDAD, DISUELVA EL RESIDUO EN 1 ml DE CLORF. Y SIGA LA C.C.F. DEL ACETATO DE HIDROCORT.

---

HIDROCORTISONA ACETATO SUSPENSION ESTERIL ( USP XIX pp 240)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SUSPENSION, EQUIVALENTE A 50 mg DE ACETATO DE HIDROCORT., EN UN EMBUDO DE SEPARACION, DILUYA CON 15 ml DE AGUA. EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF., FILTRE A TRAVES DE UN FILTRO DE ALGODON LAVADO CON CLORF. A UN MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOME 10 ml DE ESTA SOLN. LLEVE A MATRAZ CONICO DE 50 ml, EVAPORE SOBRE BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD Y EL RESIDUO DISUELVALO CON 20 ml DE ALCOHOL. PATRON: ACETATO DE HIDROCORT. P.R. USANDO EL METODO "2BIS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO " 2BIS" REALIZE CALCULOS POR: mg = 5 C/V(Au/As)

IDENTIFICACION: UN VOL. DE LA SUSPENSION, EQUIVALENTE A 50 mg DE ACETATO DE HIDROCORT. CON 2 PORCIONES DE ETHER LIBRE DE PEROXIDOS, DESCARTE EXTRACTOS ETHEREOS, FILTRE POR SUCCION, LAVE CON AGUA, SEQUE A 105° 30'



HIDROCORTISONA Y NEOMICINA GOTAS OTICAS

MUESTRA: UN VOL. DE LA SOLN. MEDIDO, EQUIVALENTE A 0.015 g DE ACETATO DE HIDROCORT. AÑADA 15 ml DE AGUA EN UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 30 ml DE CLORF., FILTRE LOS EXTRACTOS COMBINADOS A TRAVES DE FILTRO DE AIGODON Y DILUYA CON 100ml DE CLORF. TO ME UN VOL. DE ESTA SOLN. EQUIVALENTE A 450 mcg DE ACETATO DE HIDROCORT. EN UN MATRAZ DE 25 ml, EVAPORE EL CLORF. CON UNA CORRIENTE DE AIRE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 10 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS..SIGA EL METODO "2BIS" CON AÑADA 2 ml DE AZUL EXCEPTO TAPE LOS MATRACES Y MEZCLE LOS CONTENIDOS Y DEJE EN BAÑO DE AGUA (30°) POR UNA HORA. ENFRIE LA SOLN. RAPIDAMENTE Y DILUYA CON 25 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, MEZCLE.

PATRON: ACETATO DE HIDROCORT. P.R. /10 ml ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS, CONC. DE 440 y 460 mcg/ 10 ml.

PROCEDIMIENTO: SIGA METODO "2 BIS", MIDA LA EXT. A 485 nm (BLANCO: 10 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS TRATADOS EN LA MISMA FORMA QUE EN EL METODO "2BIS".)

HIDROCORTISONA CIPIONATO SUSPENSION ORAL (NF.XIV pp 328)

MUESTRA: MEZCLE LOS CONTENIDOS COMPLETAMENTE, DE UN RECIPIENTE DE LA SUSPENSION ORAL, LLENE UNA PORCION DE LA SUSP. HOMOGENEA CON AIRE-LIBRE, USE UNA JERINGA DE TUBERCULINA. TRANSFIERA UN VOL. DE LA SUSP. -- ORAL, EQUIVALENTE A 8 mg DE HIDROCORTISONA A UN EMBUDO DE SEPARACION CONTENIENDO 10 ml DE LA SOLN. PATRON INTERNA (TANTO ESTA COMO EL SOLVENTE MOVIL Y EL PATRON SIGUEN LAS INSTRUCCIONES DEL METODO "J") TAPE Y AGITE VIGOROSAMENTE POR 15 min. DEJE SEPARAR LAS CAPAS, USE LA CAPA SUPERIOR (ACETONITRILO) EN LA C.C.F.

PROCEDIMIENTO : SIGA EL DEL METODO "J" CALCULE LA CANTIDAD DE LA HIDROCORT. EN LA SUSP. ORAL:

$$\text{mg} = \text{PESO MOL. HIDROCORT.} / \text{PESO MOL. CIPIONATO DE HIDROCORT.} \cdot (100/V) \cdot (R_u/R_s)$$

HIDROCORTISONA FOSFATO DE SODIO SOLN. INY. (USP XIX pp 241)

MUESTRA: 10 UNA SOLN. DE CLORHIDRATO DE FENILHIDRAZINA ( 65 mg) EN 100 ml DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> DIL.(3:5), 5 ml DE ISOPROPILICO, MEZCLE. PARA LA MUESTRA TO ME UN VOL. DE SOLN. INY. MEDIDO, EQUIVALENTE A 100 mg DE FOSFATO SODICO DE HIDROCORT. EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORAR CON AGUA, MEZCLE. TO ME 10 ml Y LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION, LAVE CON 2 PORCIONES DE 25 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, DESCARTANDO LOS LAVADOS. TRANSFIERA LA CAPA ACUOSA A UN MATRAZ DE 100 ml, AFØRE CON AGUA, MEZCLE.

PATRON: FOSFATO DE TRIETANOLAMINA DE HIDROCORTISONA P.R. SECADO AL VACIO A 60°, DIL. EN AGUA. [110mcg/ml]

PROCEDIMIENTO: TO ME 2 ml DE CADA SOLN. Y LLEVE POR SEPARADO A MATRACES DE 50 ml, AÑADA 10 ml DE CLORHIDRATO DE FENILHIDRAZINA Y COLOQUE EN BAÑO (60°) POR 2 HRS., DEJE ENFRIAR A TEMP. AMB. DETERMINE LAS ABS. MAX. A 410 nm. REALIZE CALCULOS:  $\text{mg} = 0.667(C/V)(A_u / A_s)$  EN DONDE 0.667 ES RADIO DEL P.R.

IDENTIFICACION: TOME 5 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO DE VAL. YA PREPARADA, EN UN TUBO DE 50 ml Y AÑADA 5 ml DE SOLN. PREPARADA POR DILUCION DE 50 mg DE FOSFATASA ALCALINA ENZIMA /50 ml DE SOLN. AMORTIGUADA pH 9 CON Mg. DEJE A TEMP. AMB. POR 2 HORAS, CON AGITACION OCASIONAL. EXTRAER CON 25 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> EVAPORE 15 ml DEL EXTRACTO DE CLORURO SOBRE UN BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD, EL RESIDUO DILUYA EN 0.5 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. PATRON: HIDROCORTISONA P.R. EN CLORURO DE METILO CON UNA CONC. DE 300 mcg / ml. PROCEDIMIENTO: C.C.F. ...5 mcl...CLORF.(50)-ACET.(50)-AGUA(1)...R<sub>1</sub>...SECADO A 105°.

HIDROCORTISONA FOSFATO SODICO SOLN. INY. (B.P.C. 1973 pp 714)

MUESTRA: TENIENDO UNA EQUIVALENCIA DE 0.2 g DE FOSFATO SODICO DE HIDROCORTISONA EN 100 ml DE AGUA.

PATRON: FOSFATO SODICO DE HIDROCORTISONA P.R.

PROCEDIMIENTO: C.C.F....15 mcl...G<sub>1</sub>...R<sub>1</sub>.

HIDROCORTISONA SUCCINATO SODICO SOLN. INY. (USP XIX pp 242)

MUESTRA: DISUELVA LOS CONTENIDOS DE 10 COMPARTIMIENTOS DE ENVASE SIMPLE PARA LA SOLN. INY. EN AGUA, MEZCLE Y DILUYA A VOL. CON AGUA PARA OBTENER UNA SOLN. CONTENIENDO EL EQUIVALENTE 1 mg DE HIDROCORTISONA POR ml. TOME 5 ml DE LA SOLN. EN UN EMBUDO DE SEPARACION, AÑADA 10 ml DE AGUA Y 5 ml de HCl DIL. EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF., FILTRE A TRAVES DE FILTRO DE ALGODON LAVADO CON CLORF. A UN MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOME 10 ml A UN MATRAZ DE 50 ml. EVAPORE SOBRE UN BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD, EL RESIDUO DISUELVALO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: HEMISUCCINATO DE HIDROCORTISONA P.R. EN ALCOHOL, CONC. 12.5 mcg/ml. SIGA METODO " 2 BIS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL MISMO QUE SUCCINATO SODICO DE HIDROCORTISONA (54) CALCULOS DE LA CANTIDAD DE HIDROCORTISONA EN LA PORCION DE LA MUESTRA TOMADA DE LA SOLN. INY. IDENTIFICACION: IDENTIDAD DEL (54)

MEDRISONA SUSPENSION OFTALMICA

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SUSP. OFTALMICA, EQUIVALENTE A 10 mg DE MEDRISONA, DILUYA CON ALCOHOL A 100 ml. TOME 10 ml DE ESTA SOLN. Y LLEVE A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON ALCOHOL Y MEZCLE.

PATRON: MEDRISONA P.R. 50 mg EN ALCOHOL EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON ALCOHOL Y MEZCLE.

PROCEDIMIENTO: DETERMINE LAS ABS. MAX. A 242 nm, USANDO ALCOHOL COMO BLANCO.

IDENTIFICACION: CENTRIFUGE 2 ml DE LA SUSP. Y DECANTE EL LIQUIDO SOBRENADANTE, SUSPENDA EL RESIDUO EN 10 ml DE AGUA, AGITE VIGOROSAMENTE, CENTRIFUGE Y DECANTE EL LIQUIDO SOBRENADANTE, REPITA EL LAVADO CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE AGUA, EL RESIDUO PREVIO SECADO AL VAPOR 50° DURANTE 3 HORAS.

CALCULOS:  $mg = (C/V)(A_u / A_s)$

MEPREDNISONA TABLETAS (NF.XIV pp 412)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTE A 10 mg DE MEPREDNISONA, TRANSFIERA CON 15 ml DE AGUA A UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. FILTRE CADA UNA A TRAVES DE FILTRO DE AIGODON LAVADO CON CLORF. A UN MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON CLORF. Y MEZCLE. TOME 5 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, ENFRIE Y EL RESIDUO DILUYA CON 20 ml DE ALCOHOL. PATRON: MEPREDNISONA P.R. SIGA EL METODO "B" LO MISMO QUE EL PROCEDIMIENTO.  $mg=C(Au/As)$

IDENTIFICACION: PESE Y PULVERIZE TABLETAS EN CANTIDAD EQUIVALENTE A 40 mg DE MEPREDNISONA, ILEVE A UN TUBO DE CENTRIFUGA CON TAPON Y AÑADA 15 ml DE ETIL ACETATO AGITE POR 2 min. CENTRIFUGE A 2000 r.p.m. POR 3 min. EVAPORE 10 ml DE LA SOLN. SOBRENADANTE DE ETIL ACETATO CON AYUDA DE CALENTAMIENTO Y UNA CORRIENTE DE AIRE, MOVIENDO PARA PROMOVER LA CRISTALIZACION DEL SOLUTO EXTRACTADO, ADICIONE ALGUNAS GOTAS DE ETIL ACETATO. OBSERVA LA PRUEBA DE IDENTIDAD ESPECTROMETRIA EN EL INFRARROJO.

METILPREDNISOLONA TABLETAS (B.P. pp 361)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 10 mg DE METILPREDNISOLONA Y DILUYA EN AGUA, SIGA EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE MUESTRA DEL ACETATO DE CORTISONA.

PATRON: METILPREDNISOLONA P.R. SIGA EL PROCEDIMIENTO DE ACETATO DE CORTISONA.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "A"

IDENTIFICACION: LA C.C.F. DE LA METILPREDNISOLONA ( 59)

METILPREDNISOLONA TABLETAS (NF.XIV pp 467)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 20 mg DE METILPREDNISOLONA, TRANSFIERA A UN EMBUDO DE SEPARACION CON AYUDA DE 15 ml DE AGUA, EXTRAER...SIGA PROCEDIMIENTO DE MUESTRA DE TABLETAS DE ME -- PREDNISONA HASTA AFORE CON CLORF. TOME 10 ml DE ESTA SOLN. Y SIGA...HASTA EL FINAL DEL METODO DE LAS TABLETAS DE MEPREDNISONA. PATRON: SIGA EL METODO "B" USANDO METILPREDNISOLONA P.R.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL MISMO QUE EL METODO "B", CALCULE LA CANTIDAD POR:  $mg= 2 C(Au /As)$

IDENTIFICACION: PESE Y PULVERIZE UN EQUIVALENTE A 40 mg DE METILPREDNISOLONA, DIGESTE CON 15 ml DE SOLV HEXANO POR 15 min. FILTRE Y DESCARTE LOS FILTRADOS, DIGESTE EL RESIDUO CON 25 ml DE CLORF. POR 15 min. SEQUE A 105° DURANTE 2 HORAS, SIGA LAS PRUEBAS DEL IR. Y LA III DEL (7) DE IDENTIFICACION.

METILPREDNISOLONA ACETATO ENEMA (USP XIX pp 323)

SISTEMA SOLVENTE No 1: MEZCLA DE 100 VOL. BENCENO Y 50 VOL. n - PROPILICO

SISTEMA SOLVENTE No 2: MEZCLA DE 80 VOL. BENCENO Y 20 VOL. n - PROPILICO

PLACA CROMATOGRAFICA: DESCRIBA AREAS DE 5 mm DE ANCHO SOBRE LAS DOS PUNTAS OPUESTAS DE UNA PLACA DE VIDRIO DE 20 X 20 cm, PREPARADA CON SILICA GEL Y DIVIDIDA EN LAS SECCIONES RESPECTIVAS, LAVE LA PLACA CON EL SISTEMA SOLV. No 1 Y CON EL MISMO DESARROLLE EL CROMATOGRAMA HASTA 15 cm DE ALTURA, RETIRE LA PLACA Y DEJE SECAR AL AIRE HASTA LA EVAPORACION TOTAL DEL SOLVENTE.

PATRON: ACETATO DE METILPREDNISOLONA P.R. EN ALCOHOL CONC. DE 4 mg / ml.

MUESTRA: UNA CANTIDAD DEL ENEMA, EQUIVALENTE A 40 mg DE ACETATO DE METILPREDNISOLONA, LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION CON 25 ml DE AGUA, EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. FILTRANDO A UN MATRAZ DE FONDO PLANO DE 250 ml. EVAPORE EL CLORF. A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR (O USE UN EVAPORADOR ROTATORIO) AÑADA AL RESIDUO 10 ml DE ALCOHOL, INSERTE EL TAPON Y MEZCLE LA SOLN. RESULTANTE.

PROCEDIMIENTO: C.C.F. ... 6 ml ... SIST. SOLV. No 2 ... 15 cm ... EVAPORE EL SOLV. LOCALIZE BANDAS BAJO LUZ UV. RETIRE CADA BANDA POR SEPARADO Y ELUYA CON 20 ml DE ALC. EN MATRAZ DE 25 ml. AFORE CON ALCOHOL, MEZCLE. DETERMINE LAS ABS. MAX. A 243 nm Y REALIZE CALCULOS CON:  $mg = 10 C (Au / As)$

IDENTIFICACION: CON PARTE DEL RESIDUO SIGA LA C.C.F. Y EL ESPECTRO DE ABSORCION INFRAROJO.

---

METILPREDNISOLONA ACETATO CREMA (NF. XIV pp 468)

MUESTRA: UNA CANTIDAD PESADA DE CREMA EQUIVALENTE A 5 mg DE ACETATO DE METILPREDNISOLONA, LLEVE CON 50 ml DE HEXANO A UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 10 ml DE ACETONITRILLO, EVAPORE LOS EXTRACTOS COMBINADOS CERCANO A SEQUEDAD, TRANSFIERA EL RESIDUO A UN MATRAZ DE 10 ml CON AYUDA DE PORCIONES DE 5 y 2 ml DE CLORF.-ALC., AFORE CON CLORF.-ALC. Y MEZCLE.

PATRON: ACETATO DE METILPREDNISOLONA EN CLORF.-ALC. TENIENDO CONC. 500 mcg/ml

PROCEDIMIENTO: C.C.F. ... 250 ml ... ETILACETATO (7)-CLORF.(5) ... 15 cm ... RETIRE LA PLACA Y DEJE EVAPORAR EL SOLV., EXAMINE BAJO LUZ UV. CUANTIFIQUE LAS BANDAS RETIRADAS DE LA PLACA Y LLEVADAS A TUBOS DE CENTRIFUGA DE 50 ml, AÑADA 25 ml DE ALC. AGITE POR 2 min. CENTRIFUGE POR 5 min. a 1500 r.p.m. TRANSFIERA -- 20 ml DE LA SOLN. SOBRENADANTE A FCOS. DE 50 ml ... SIGA EL METODO "2BIS" COMENZANDO CON "AÑADA 2 ml DE AZUL..." DEBE REALIZAR LOS CALCULOS DE LA MUESTRA POR:  $mg = 0.01 C (Au / As)$

IDENTIFICACION: SIGA LA C.C.F. DE LA METILPREDNISOLONA (60)

---

METILPREDNISOLONA ACETATO SUSPENSION ESTERIL (NF. XIV pp 468)

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE LA SUSPENSION, EQUIVALENTE A 40 mg DE ACETATO DE METILPREDNISOLONA, AÑADA 10 ml DE AGUA, LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION, LOS EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. A UN MATRAZ DE 200 ml., AFORE CON CLORFORMO Y MEZCLE. TOME 10 ml DE LA SOLN. LLEVE A MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON....

CLOROFORMO, TOMA 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE EL CLORF. A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VA--  
POR Y DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON: ACETATO DE METILPREDNISOLONA P.R. SIGA EL METODO "B"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "B" PARA CALCULAR LA MUESTRA :  $mg = 4C(Au / As)$

IDENTIFICACION: FILTRE UN VOL. DE LA SUSP. ESTERIL, EQUIVALENTE A 100 mg DE ACETATO DE METILPREDNISOLONA, LAVAR LAS PORCIONES CON 5 ml DE AGUA Y SEQUE A  $105^{\circ}$  POR 3 HORAS, EL RESIDUO RESPONDE A LAS PRUEBAS:

I: ESPECTROMETRIA EN EL IR.

II: PRUEBA II DEL (14) DE LAS PRUEBAS DE IDENTIFICACION.

---

METILPREDNISOLONA SUCCINATO SODICO SOLUCION INYECTABLE (USP XIX pp 325)

MUESTRA: UNA CANTIDAD MEDIDA, EQUIVALENTE A 50 mg DE METILPREDNISOLONA, EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE --  
CON AGUA, MEZCLE Y TOMA 10 ml, LLEVE A UN EMBUDO DE SEPARACION, ADICIONE 10 ml DE AGUA Y 5 ml DE HCl...  
EXTRAER.. SIGA EL PROCEDIMIENTO DE LA MUESTRA DE LAS TABLETAS DE MEPREDNISONA EXCEPTO: TOMAR 10 ml Y  
LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml... SIGA CON EL PROCESO".

PATRON: SUCCINATO SODICO DE METILPREDNISOLONA P.R. SIGA EL DEL ENSAYO DE VALORACION (63)

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL PATRON, REALIZE CALCULOS DE LA MUESTRA CON:  $mg = 0.7891 (5C)(Au/As)$  EN DON  
DE 0.7891 ES EL RADIO DEL PESO MOLECULAR DE METILPREDNISOLONA/HEMISUCCINATO DE METILPREDNISOLONA.

IDENTIFICACION: SIGUE LAS PRUEBAS DEL SUCCINATO SODICO DE METILPREDNISOLONA (63)

---

PARAMETASONA TABLETAS (NF. XIV pp 530)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 6 mg DE ACETATO DE PARAMETASONA, LLEVE A UN EMBU--  
DO DE SEPARACION CON 15 ml DE AGUA Y 3 GOTAS DE HCl. CALIENTE SOBRE BAÑO DE VAPOR POR 5 min. (MEZCLE --  
CON FRECUENCIA), ENFRIE A TEMP. AMB. AÑADA 4 GOTAS DE SOLN. NaOH (1:2) EXTRAIGA CON 4 PORCIONES DE CLO  
ROFORMO, FILTRANDO CADA UNA A TRAVES DE  $Na_2SO_4$  ANH. ENJUAGANDO CON PORCIONES DE CLORF. AÑADA LOS MIS--  
MOS AL VASO COLECTOR, EVAPORE A SEQUEDAD ( HASTA 3 ml) Y EL RESIDUO SERA LLEVADO A UN MATRAZ DE 10 ml  
EVAPORE Y JUSTO A SEQUEDAD, AÑADA 2 ml DE CLORF. MEZCLE PARA DISOLVER EL RESIDUO.

PATRON: ACETATO DE PARAMETASONA P.R. EQUIVALENTE A 6 mg Y SIGA EL PROCESO DE LA MUESTRA, AÑADA 5 ml DE  
AGUA Y 3 GOTAS DE HCl...

PROCEDIMIENTO: DETERMINE LAS ABS. A UN MAX. DE 6.04 nm (IR.) USE CLORF. COMO BLANCO Y CALCULE LA CANT  
TIDAD DE LA PARAMETASONA DE LAS TABLETAS POR:  $mg = W(Au/As)$  W ES PESO EXACTO DEL PATRON EN mg.

IDENTIFICACION: IR.

PREDNISOLONA TABLETAS ( USP XIX pp 398)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 20 mg DE PREDNISOLONA, LLEVE CON 15 ml DE AGUA A UN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. Y CON UNA DE 20 ml. A UN MATRAZ DE 100 ml. AFORE CON CLORF., TOME 20 ml DE ESTA SOLN. Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE EL CLORF. ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 2 ml DE UNA SOLN. DE CLORF.-ALCOHOL.

PATRON PREDNISOLONA P.R. SIGA EL METODO "DOS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "DOS" Y CALCULE LA CANTIDAD DE PREDNISOLONA POR:  $mg=0.01 C(Au + As)$   
ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS:

MUESTRA: UNA ALICUOTA DE 10 ml DEL CLORF. EXTRAIDO DE EL ENSAYO ANTERIOR, EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF. TOME UNA ALICUOTA DE 10 ml, LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml CONICO, EVAPORE EL CLORF. A SEQUEDAD Y EL RESIDUO AÑADALE 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON Y PROCEDIMIENTO: SIGUEN LOS MISMOS QUE EL METODO "2" BIS"

IDENTIFICACION: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 50 mg DE PREDNISOLONA, DIGESTE CON 25 ml DE CLORF. POR 15 min. FILTRE Y EVAPORE LOS FILTRADOS SOBRE UN BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD, LAVE LOS RESIDUOS CON PORCIONES (2) DE 10 ml DE HEXANO CALIENTE, DESCARTANDO EL LIQUIDO SOBRENADANTE, DIGESTE EL RESIDUO CON 25 ml DE ALC. DEHID. AGITANDO Y CALENTANDO SUAVE POR 15 min. FILTRE LA SOLN. EN CALIENTE, EVAPORE-- EL FILTRADO A UN VOL. DE 3 ml, ADICIONE HEXANO CALIENTE HASTA QUE LA MEZCLA MUESTRE TURBIDEZ, ENFRIE Y COLECTE LOS CRISTALES, SEQUELOS A 60° POR UNA HORA. ESTOS SERVIRAN PARA LAS PRUEBAS DE IDENTIDAD SIMILARES A LAS DESCRITAS PARA LA PREDNISOLONA (65)

---

PREDNISOLONA TABLETAS (B.P. pp 379)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 10 TABLETAS, EQUIVALENTES A 10 mg DE PREDNISOLONA, SUSPENDALAS EN 10 ml DE-- AGUA Y SIGA EL METODO DE PREPARACION DE LA MUESTRA DE ACETATO DE CORTISONA COMENZANDO CON" EXTRAIGA.. EXCEPTO LA CONC. 290 y 310 mcg / ml. COMPLETE EL ENSAYO CON EL METODO "A"

PATRON: PREDNISOLONA P.R. EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS CON UNA CONC. DE 290 y 310 mcg/ ml.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DE LA MUESTRA, METODO "A"

---

PREDNISOLONA ACETATO SUSPENSION ESTERIL( USP XIX pp 399)

MUESTRA: UN VOL. DE LA SUSP. ESTERIL, EQUIVALENTE A 25 mg DE PREDNISOLONA, DILUIDOS CON 15 ml DE AGUA EN UN EMBUDO DE SEPARACION, SIGA EL METODO DE LA SUSP. ESTERIL DE ACETATO DE METILPREDNISOLONA EXCEP-

TO & TOMÉ 20 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF., MEZCLE. TOMÉ 10 ml DE LA SOLN. Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE CONVENIENTEMENTE EL CLORF. Y EL RESIDUO DILUYALE CON 20 ml DE ALCOHOL.  
PATRON: ACETATO DE PREDNISOLONA P.R. SIGA EL METODO "2BIS", ASI COMO EL PROCEDIMIENTO Y REALIZE LOS CALCULOS DE LA CANTIDAD DE PREDNISOLONA EN LA PORCION DE MUESTRA TOMADA POR:  $mg = 2.5(C/V)(Au/As)$

IDENTIFICACION: UN VOL. DE LA SUSP. EQUIVALENTE A 25 mg DE PREDNISOLONA, EXTRAIGA CON 2 PORCIONES DE -- 10 ml DE ETHER LIBRE DE PEROXIDOS, DESCARTE LOS EXTRACTOS CLOROFORMICOS CLAROS CON AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE, A SEQUEDAD, USE EL RESIDUO PARA LAS PRUEBAS: I.- ESPECTROMETRIA EN EL INFRARROJO  
II.- CUMPLE CON LA PRUEBA DE IDENTIFICACION I DEL (8)

---

PREDNISOLONA FOSFATO SODICO SOLN. INY. ( BP. pp 381)

MUESTRA: UN VOL. DE LA SOLN. INY. EQUIVALENTE A 20 mg DE PREDNISOLONA.

PATRON : FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R. 25 ml EQUIVALENTES A 0.01% w/v DE PREDNISOLONA.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL MISMO QUE LA SOLN. INY. DE FOSFATO SODICO DE BETAMETASONA COMENZANDO CON AÑADA 2.5 g.." CALCULE LA EXT. DE LA PREDNISOLONA EN LA SOLN. INY. DE UNA SOLN. PATRON DETERMINADA POR DILU  
CION EN AGUA, A UNA ABS. MAX. DE 247 nm. PARA EFECTOS DE CALCULO USE EL VALOR DE LA EXT.=419 A 247 nm

IDENTIFICACION: I.- DISOLVER 65 mg DE CLORHIDRATO DE FENILHIDRAZINA/100 ml DE SOLN. DIL. DE H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(3:5)  
AÑADA 5 ml DE ISOPROPILICO, MEZCLE. CALIENTE 5 ml DE ESTA SOLN. CON 1 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO A --  
70° DURANTE 2 HORAS. DESARROLLO DE UN COLOR AMARILLO (PRUEBA DE IDENTIFICACION II DEL 8).

II.- ESPECTROFOTOMETRIA EN EL INFRARROJO.

PREDNISOLONA FOSFATO SODICO SOLN. INY. (USP XIX pp 400)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO, EQUIVALENTE A 100 mg DE PREDNISOLONA FOSFATO SODICO, LLEVADO A UN EMBUDO DE SE  
PARACION CONTENIENDO 20 ml DE AGUA, LAVE CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> DESCARTE LOS LAVADOS, TRANS  
FIERA LA CAPA ACUOSA A UN MATRAZ DE 50 ml, AFORE CON AGUA Y MEZCLE.

PATRON: Y PROCEDIMIENTO : SIGA LA DIRECCION DEL FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA (70);  $mg = 6,11(C/V)(Au/As)$

---

PREDNISOLONA FOSFATO SODICO SOLN. OPTALMICA ( USP XIX pp 400)

IDENTIFICACION: SIGA LAS PRUEBAS DE IDENTIFICACION DE LA SOLN. INY. DE FOSFATO SODICO DE PRED.(70)

---

PREDNISOLONA FOSFATO SODICO GOTAS OPTALMICAS ( B.P.C. 1973 pp 694)

MUESTRA: USE AGUA COMO SOLVENTE, DILUYA 5 ml A 100 ml, TOMÉ 5 ml y DILUYA A 100 ml.

PATRON : FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R. SIGA PROCEDIMIENTO DE LA MUESTRA.

PROCEDIMIENTO: MIDA LA EXT. A UN MAX. DE ABS. DE 247 nm, PARA EFECTO DE CALCULO USE EL VALOR DE LA EXT. (1%, 1cm) = 312 AL MAX. ABS. DE 247 nm.

---

PREDNISOLONA FOSFATO SODICO ENEMA (B.P.C. 1973 pp 681)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DEL ENEMA, EQUIVALENTE A 0.01 g DE PREDNISOLONA EN 100 ml DE AGUA, TOME 25 ml Y AÑADA 2.5 g DE NaCl y 1 ml DE HCl DIL. (0.1N), EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. LAVE LOS EXTRACTOS DEL FILTRADO CON EL MISMO ml DE HCl, DESCARTANDOLES. EXTRAIDOS LOS LIQUIDOS, COMBINELOS (LOS ACUOSOS) Y LAVE CON 2 PORCIONES DE 10 ml DE SOLN. DE EXTRACTO DE FOSFATO DE TRI- n -BUTIL. DILUYA LOS EXTRACTOS COMBINADOS CON 25 ml DE MeOH. A 2 ml DE ESTA SOLN. AÑADA 10 ml DE SOLN. ISONIAZIDA, CALENTANDO LOS TUBOS CON TAPON A 50° POR 3 HORAS (PRCTEGIENDO DE LA LUZ), ENFRIE Y USE COMO BLANCO: SOLN. 0.01 % DE PREDNISOLONA IGUALMENTE TRATADA.

PATRON: FOSFATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R. (25 ml) EQUIVALENTE A 0.01 % w/v DE PREDNISOLONA.

PROCEDIMIENTO: MIDA LA EXT. A UN MAX. DE ABS. DE 405 nm

---

PREDNISOLONA PIVALATO SOLN. INY. (BP. pp 380)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SOLN. INY. EQUIVALENTE A 15 mg DE PIVALATO DE PREDNISOLONA, EN UN MATRA DE 100 ml, AFORE CON ALCOHOL, MEZCLE. FILTRE Y DILUYA EL FILTRADO (5 ml) A 50 ml CON ALC. DEHIDRATADO.

PATRON: PIVALATO DE PREDNISOLONA P.R. SIGA EL PROCESO DE LA MUESTRA.

PROCEDIMIENTO: MIDA LA EXT. A UN MAX, DE ABS. DE 240 nm, PARA EFECTOS DE CALCULO UTILIZE EL VALOR DE LA EXT. (1 %, 1cm) = 337 A LA MISMA MEDIDA DE ABSORBANCIA.

IDENTIFICACION: FILTRE UN VOL. DE LA SOLN. INY. EQUIVALENTE A 20 mg DE PIVALATO DE PREDNISOLONA, LAVE CON AGUA, EL FILTRADO SEQUELO A 105° POR 3 HORAS, EL RESIDUO CUMPLE CON LAS PRUEBAS DE IDENTIFICACION  
I: ESPECTROMETRIA EN EL IR.      II: C.C.F. DEL PIVALATO DE PREDNISOLONA (68)

---

PREDNISOLONA SUCCINATO SODICO SOLN. INY. (USP XIX pp 401)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO, EQUIVALENTE A 50 mg DE PREDNISOLONA, EN UN MATRAZ DE 200 ml, DISOLVER CON 5 ml DE AGUA Y AFORAR CON ALC., MEZCLE. DILUYA 4 ml EN UN MATRAZ DE 100 ml CON ALC. AFORE CON ALC. Y MEZCLE TOME 20 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml.

PATRON: DISUELVA 65 mg DE SUCCINATO SODICO DE PREDNISOLONA P.R. SECADO A 65° POR 3 HORAS) EN 100 ml DE ALC. AÑADA 5 ml DE AGUA, AFORE CON 200 ml DE ALCOHOL SIGA EL PROCESO DE LA MUESTRA.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL METODO "2BIS". CALCULOS:  $\text{mg} = 5 C(0.7827)(A_u/A_s)$  0.7827 ES EL RADIO DE LOS PESOS MOL. DE PREDNISOLONA /SUCCINATO DE PREDNISOLONA.



IDENTIFICACION: 50 mg DE LA SOLN. INY. EN UN EMBUDO DE SEPARACION, AÑADA 20 ml DE AGUA Y 2 ml DE HCl DIL. EXTRAER CON 25 ml DE CLORF. FILTRE LOS EXTRACTOS, EVAPORE EL EXTRACTO SOBRE UN BAÑO DE VAPOR A SEQUEDAD (CLOROFORMICO), EL RESIDUO SEQUELO A 60° POR UNA HORA, RESPONDE A LA ESPECTROMETRIA EN IR.

---

PREDNISONA TABLETAS (USP XIX pp 403)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 20 mg DE PREDNISONA, SIGA EL PROCESO DE LA MUESTRA DE TABLETAS DE MEPREDNISONA HASTA UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CO CLORF., MEZCLE. TOME 20 ml DE LA SOLN. Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml. EVAPORE EL CLORF. Y AL RESIDUO DISUELVALE EN 2 ml DE UNA SOL. DE CLORF. - ALCOHOL. PATRON: PREDNISONA P.R. SIGA EL DEL METODO "DOS"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "DOS" REALIZE CALCULOS DE CANTIDAD MUESTRA:  $mg = 0.01C(Au/As)$   
ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS.

MUESTRA: 10 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO EN UN MATRAZ DE 100 ml, AFORE CON CLORF. TOME 10 ml DE ESTA SOLN. Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml, EVAPORE A SEQUEDAD, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PATRON Y PROCEDIMIENTO: USE PREDNISONA P.R. METODO "2 BIS" . CALCULOS:  $mg = 2 C(Au /As)$

IDENTIFICACION: SIGUE EL METODO DE TABLETAS DE PREDNISONA PARA PRUEBA II DEL (7) Y C.C.F. (76)

---

TRIAMCINOLONA TABLETAS (B.P.C. 1973 pp 817 y B.P.C. 1968 pp 1312)

MUESTRA: PESE Y PULVERIZE 20 TABLETAS, EQUIVALENTES A 0.015 g DE TRIAMCINOLONA, CON AYUDA DE 5 ml DE ALCOHOL LLEVE A UN MATRAZ Y AÑADA ALC. A 50 ml. AGITE MECANICAMENTE Y EVAPORE EL ALC. LAVE EL RESIDUO CON ALC. Y DILUYA EL COMBINADO LAVADO CON ALC. A 250 ml CON MUCHO CUIDADO EVAPORE 30 ml DE ESTA SOLN. A SEQUEDAD Y DISUELVA EL RESIDUO EN ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS PARA TENER UNA CONC. 150 mcg/10 ml. TOME 10 ml Y SIGA EL METODO "2BIS", EXCEPTO REPOSAR EN BAÑO A 30° POR UNA HORA.

PATRON: TRIAMCINOLONA P.R. 10 ml EN ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS, CONC. 150 mcg / 10 ml.

PROCEDIMIENTO: YA FRIAS LAS SOLN. (MUESTRA Y PATRON) AÑADA POR SEPARADO 25 ml DE ALC. LIBRE DE ALDEHIDOS Y MIDA LA EXT. A UN MAX. DE ABS. DE 485 nm USANDO 10 ml DE ALCOHOL LIBRE DE ALDEHIDOS (BLANCO) LA DIFERENCIA ENTRE EL PATRON Y EL BLANCO EN LA EXT. DA LA EXT. DE LA MUESTRA.

IDENTIFICACION: ESPECTROMETRIA EN EL IR. (POR RESIDUO DE LA MUESTRA EN EL ENSAYO DE VALORACION)

---

TRIAMCINOLONA ACETONIDA AEROSOL ( NF. XIV pp 725)

MUESTRA: ESPREAR EL CONTENIDO DEL ENVASE EN UN VASO DE 50 ml, DESPUES ROCIE 25 g DEL CONTENIDO DENTRO DEL FCC. DETERMINE LA CANTIDAD EXACTA DEL ESPREADO POR DIFERENCIA DE PESO.

EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR Y AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE, DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml de ALCOHOL. AFORE Y MEZCLE.

PATRON: TRIAMCINOLONA ACETONIDA P.R. EN ALCOHOL, CONC. 35 mcg / ml.

PROCEDIMIENTO: TOME 5 ml DE CADA SOLN. Y POR SEPARADO LLEVE A MATRACES DE 25 ml (USE ALCOHOL COMO SOLN. BLANCO), AÑADA 700 mccl DE S.T. AZUL DE TETRAZOLIO Y 1 ml DE HIDROXIDO DE TETRAMETILAMONIO, DEJE -- EN REPOSO UNA HORA EN LA OSCURIDAD, AÑADA 2 ml DE ALC., 1 ml SOLN. DIL. HCl(1:120) EN ALC., AFORE CON - CLORF. MEZCLE Y DETERMINE LAS ABS. A UN MAX. 525 nm. CALCULOS : mg = 0.05 C(Au / As)

IDENTIFICACION: TRANSFIERA 15 ml DE LA MUESTRA DEL ENSAYO, EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR Y AYUDA DE UNA CORRIENTE DE AIRE, DISUELVA EL RESIDUO EN 1 ml DE ALC. SIGA LA C.C.F. USANDO 10 mccl... SOLV. ETHER... 15 cm... R<sub>1</sub>... SECADO A 100° POR 15 min.

---

TRIAMCINOLONA ACETONIDA CREMA (USP XIX pág 514)

SI LA CREMA CONTIENE 0.1 % DE LA ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA:

MUESTRA: UNA CANTIDAD PESADA DE CREMA EQUIVALENTE A 2 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA, AÑADA 30 ml DE CLORF. Y 0.5 g DE Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ANH. AGITE DURANTE 10 min. FILTRE Y LAVE CON 10 ml DE CLORF., DILUYA LOS --- COMBINADOS FILTRADOS CON 50 ml DE CLORF. SIGA EL METODO DEL UNGUENTO DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA COMENZANDO CON " EN 3 MATRACES VOLUMETRICOS..."

SI LA CREMA CONTIENE 0.025 a 0.01 % DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA:

COLUMNA CROMATOGRAFICA. - 5 g DE FLORISIL A UNA COLUMNA EMPACADA CONVENIENTEMENTE CON UN AGITADOR DE VIDRIO, MEZCLE CON UNA SOLN. DE 5 g DE CELITE 545, MEZCLE Y TRANSFIERA A LA COLUMNA. PESE UNA CANTIDAD DE MUESTRA EQUIVALENTE A 1 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA, AÑADA 10 g DE CELITE 545, MEZCLE Y LLEVE A LA COLUMNA, AÑADA 200 ml DE CLORF., 60 ml DE UNA MEZCLA (ETER - CLORF.) Y 100 ml DE UNA SOLN. 2.5 % v/v DE ETHER Y ALCOHOL AL 95%, EVAPORE LOS COMBINADOS ELUIDOS A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE AGUA, DISUELVA EL RESIDUO EN CLORF. HASTA HACER 50 ml. SIGA CON EL METODO DEL UNGUENTO DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA COMENZANDO CON " A 3 MATRACES..." MIDA LAS EXT. EN CAPAS DE 2 cm.

---

TRIAMCINOLONA UNGUENTO (B.P.C. 1973 pp 764, S.P.C. 1968 pp 1207)

MUESTRA: UNA CANTIDAD PESADA, EQUIVALENTE A 2 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA, EN 30 ml DE CLORF. AGITE VIGOROSAMENTE Y DILUYA EN CLORF. HASTA 50 ml. FILTRE A UN MATRAZ (A 3 MATRACES...) CADA UNA DE -- LAS SOLN. MUESTRA, PATRON Y BLANCO: CLORF. UNA CANTIDAD DE 5 ml, AÑADA 10 ml DE SOLN. ISONIAZIDA, CALIEN

TE EN BAÑO DE AGUA A 55° POR 45 min. ENFRIE Y DILUYA CON UNA SOLN. DE 25 ml DE CLOROFORMO.

PATRON: ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA P.R.

PROCEDIMIENTO: MIDA LAS EXT. A UNA MAX. ABS. DE 415 nm, LA DIFERENCIA DE EXT. DA LA DE LA MUESTRA.

---

TRIAMCINOLONA ACETONIDA LOCION (B.P.C. 1973 pp 729)

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE LA LOCION, EQUIVALENTE A 2 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA, EVAPORE A SEQUE-  
DAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR, DISPERSE EL RESIDUO SOBRE 30 ml DE CLORF., MEZCLE Y DILUYA A 50 ml CON ---  
CLOROF. CONTINUE CON EL METODO DEL UNGUENTO " A 3 MATRACES..."

---

TRIAMCINOLONA ACETONIDA PASTA DENTAL (USP XIX pp 516, B.P.C. 1973 pp 769)

SOLV. CROMATOGRAFICO: MEZCLE 20 ml DE AGUA Y 980 ml DE ACETONA.

REACTIVO DE ISONIAZIDA: UNA CANTIDAD DE ISONIAZIDA EN 1.25 EN 1000 DE UNA MEZCLA DE HCl:MeOH PARA LA  
OBTENCION DE UNA SOLN. CON CONC. DE ISONIAZIDA DE 1 mg / ml.

MUESTRA: UNA CANTIDAD DE PASTA, EQUIVALENTE A 1.25 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA A UN MATRAZ DE 25  
ml. AÑADA 15 ml DE CLORF. AGITE MECANICAMENTE POR 30 min. AFORE CON CLOROFORMO.

PATRON: ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA (SECADO A 60° POR 3 HRS) EN CLORF. CON CONC. DE 50 mg / ml.

PROCEDIMIENTO: PREPARE UNA MEZCLA DE (50 ml DE CLORF., 10 g DE SILICATO DE Mg MALLA 60-100) LLEVE A 1  
COLUMNA CROMATOGRAFICA, EN LA PUNTA COLOQUE UN FILTRO DE FIBRA DE VIDRIO SOBRE EL SILICATO DE Mg ACTI-  
VADO. TRANSFIERA 20 ml DE CADA SOLN. AL INTERIOR DE LA COLUMNA RESPECTIVA, LAVÉ LA MISMA CON 10 ml DE  
ACETONA-CLORF. (1:10) Y CON 2 PORCIONES DE 40 ml. DESCARTANDO LOS LAVADOS. ELUYA LA COLUMNA CON 75 ml  
DE SOLV. CROMATOGRAFICO, AJUSTE EL FLUJO A 50 GOTAS / min. EVAPORE EL ELUYENTE COLECTADO SOBRE UN BAÑO  
DE VAPOR Y CON AYUDA DE CORRIENTE DE AIRE, DISUELVÁ EL RESIDUO EN 20 ml DE CLORF. Y MEZCLE. TOMÉ UNA  
ALICUOTA DE LA SOLN. RESPECTIVA Y POR SEPARADO TRÁTELAS DE LA MANERA SIGUIENTE: A CADA MATRAZ AÑADA  
10 ml SE SOLN. ISONIAZIDA, COLOQUE LOS MATRACES (DE 25 ml) EN BAÑO DE AGUA A 55° POR 1 HORA. ENFRIE A  
LA TEMP. AMB. DILUYA CON CLORF. A VOLUMEN Y MEZCLE. DETERMINE LAS ABS. DE LAS SOLN. A 415 nm. CALCULE  
LA CANTIDAD DE TRIAMCINOLONA ACETONIDA POR :  $mg = 0.025 C (Au / As)$

---

TRIAMCINOLONA ACETONIDA SUSPENSION ESTERIL (USP XIX pp 516)

MUESTRA: UN VOL. DE LA SUSP., EQUIVALENTE A 50 mg DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA A UN EMBUDO DE SEPARA-  
CION CON AYUDA DE 45 ml de AGUA "SIGA EL METODO DE LAS TABLETAS DE MEPREDNISONA (EXCEPTO LA ALICUOTA  
FINAL QUE SERA DE 5 ml.) PATRON: Y PROCEDIMIENTO: SIMILAR AL UNGUENTO DE ACETONIDA DE TRIAMCINOLONA.

TRIAMCINOLONA DIACETATO JARABE (NF.XIV pp 728)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO, EQUIVALENTE A 2 mg DE DIACETATO DE TRIAMCINOLONA, LLEVADO A UN EMBUDO DE SEPARACION, AÑADA 10 ml DE AGUA Y 5 ml DE SOLN. DE SULFATO DE SODIO (1:20). EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 25ml DE CLORF. FILTRE CADA EXTRACTO A UN MATRAZ DE 200 ml, AFORE CON CLORF. MEZCLE. TOMA 20 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, EVAPORE A SEQUEDAD EN FORMA CONVENIENTE, ENFRIE Y DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml ALC.

PATRON: DIACETATO DE TRIAMCINOLONA P.R. SIGA EL METODO "B" ASI COMO EL PROCEDIMIENTO:  $mg=0.2C(Au/As)$

IDENTIFICACION: UNA CANTIDAD DE JARABE, EQUIVALENTE A 10 mg DE DIACETATO DE TRIAMCINOLONA EN EMBUDO DE SEPARACION, EXTRAIGA CON 3 PORCIONES DE 10 ml DE CLORF. EVAPORE LOS COMBINADOS CLOROFORMICOS, JUSTO A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR. EL RESIDUO DISUELVALO CON 5 ml DE CLORF. SIGA LA C.C.F. DEL (83)

TRIAMCINOLONA DIACETATO SUSPENSION ESTERIL (NF XIV pp 727)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SUSP. ESTERIL, EQUIVALENTE A 100 mg DE DIACETATO DE TRIAMCINOLONA EN UN EMBUDO DE SEPARACION CON AYUDA DE 20 ml DE AGUA, EXTRAER CON 3 PORCIONES DE 25 ml DE CLORF. A UN MATRAZ DE 250 ml. AFORE CON CLORF. MEZCLE. TOMA 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 200 ml, AFORE CON CLORF. --- TOMA 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ CONICO DE 50 ml. EVAPORE A SEQUEDAD, ENFRIE Y EL RESIDUO DISUELVALO EN 20 ml DE ALCOHOL. PATRON: Y PROCEDIMIENTO: SIGUEN EL METODO "B"  $CALCULOS: mg=10C/V(Au/As)$

IDENTIFICACION: FILTRE UN VOL. DE LA SUSP., EQUIVALENTE A 200 mg DE DIACETATO DE TRIAMCINOLONA, A TRAVES DE MEDIO POROSO, LAVE CON AGUA, DEJE SECAR LOS CRISTALES. 2 mg EN 1 ml DE MeOH, EVAPORE A SEQUEDAD CON CALENTAMIENTO SUAVE Y UNA CORRIENTE DE NITROGENO, EL RESIDUO CUMPLE CON LA PRUEBA DE IR.

TRIAMCINOLONA HEXACETONIDA SUSPENSION ESTERIL (USP XIX pp 516)

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SUSP., EQUIVALENTE A 20 mg DE HEXACETONIDA DE TRIAMCINOLONA EN UN EMBUDO DE SEPARACION CON 20 ml DE AGUA, EXTRAER CON 4 PORCIONES DE 35 ml DE CLORF. FILTRE CADA PORCION POR  $Na_2SO_4$  ANH. EMPAPADO EN CLORF. A UN MATRAZ DE 200 ml. AFORE CON CLORF. TOMA 10 ml DE ESTA SOLN. Y EVAPORE A TEMP. MENOR DE  $50^{\circ}$  Y CON UNA CORRIENTE DE NITROGENO. EL RESIDUO DISUELVA EN 10 ml DE SOLV. ---

MOVIL: PATRON Y SOLV. MOVIL: SIGA EL DEL ENSAYO DE VAL. DE LA HEXACETONIDA DE TRIAMCINOLONA MET. "H"

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "H"  $CALCULE LA CANTIDA DE MUESTRA POR: mg= 200 C(Hu /Hs)$

SIENDO  $H_u$  y  $H_s$  LA ALTURA DE LOS PICOS OBTENIDOS DE LA MUESTRA Y PATRON RESPECTIVOS.

IDENTIFICACION: UN VOL. EQUIVALENTE A 25 mg DE DIAC. DE TRIAM. CON 20 ml DE AGUA EN UN MATRAZ, FILTRE A TRAVES DE FILTRO DE MEMBRANA PORO 0.2 $\mu$ m, APLIQUE VACIO, LAVE CON 2 PORCIONES DE 15 ml DE AGUA, SEQUE CON AIRE .COLOQUE FILTRO SECO Y EL Pp. CON 5 ml DE ALC. EN MATRAZ, EVAPORE A CALOR BAJO, PRUEBA IR.

MINERALOCORTICOIDES

DESOXICORTICOSTERONA ACETATO SOLN. INY. (USP XIX pp 121)

AGITE VOL. IGUALES DE ALC. AL 90 % E ISOCTANO EN UN EMBUDO DE SEPARACION POR 15 min. DEJE SEPARAR LAS CAPAS Y A LA INFERIOR SE LLAMARA "ALC.-ISOCTANO" Y A LA SUPERIOR "ISOCTANO -ALC."

PATRON: ACETATO DE DESOXICORTICOSTERONA P.R. USE EL METODO "2BIS"

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE LA SOLN. INY. EQUIVALENTE A 5 mg DE ACETATO DE DESOXICORTICOSTERONA EN UN EMBUDO DE SEPARACION QUE CONTENGA 50 ml DE "ISOCTANO -ALC." EXTRAER CON 6 PORCIONES DE 20 ml DE --- "ALC.-ISOCTANO" RECIBA EN UN MATRAZ DE 250 ml, AFORE CON ALC.-ISOCTANO, MEZCLE. TOME 10 ml Y LLEVE A UN MATRAZ DE 50 ml, CONICO, EVAPORE A SEQUEDAD Y DISUELVA EL RESIDUO EN 20 ml DE ALCOHOL.

PROCEDIMIENTO: SIGA EL DEL METODO "2BIS" Y REALIZE CALCULOS:  $mg = 0.5 (C/V)(Au/As)$

IDENTIFICACION: C.C.F. DE ACETATO DE DESOXICORTICOSTERONA (88)

---

DESOXICORTICOSTERONA ACETATO IMPLANTOS (B.P. pp 141)

EN EL ENSAYO DE VAL. SIGA EL DE DIPROPIONATO DE BECLOROMETASONA METCDO "A"  $mg = 10 C(Au/As)$

IDENTIFICACION: I.- IR ... II.- REACCION GRUPO ACETIL. III.- C.C.F. DEL (88)

---

DESOXICORTICOSTERONA PIVALATO SUSPENSION ESTERIL (NF. XIV pp 183)

PATRON: DESOXICORTICOSTERONA PIVALATO P.R. EN MeOH, CO.C. DE 10 mcg / ml

MUESTRA: UN VOL. MEDIDO DE SUSP., EQUIVALENTE A 50 mg DE DESOXICORTICOSTERONA PIVALATO EN UN MATRAZ DE 50 ml., AFORE CON AGUA Y MEZCLE. TOME 5 ml DE LA SUSP. DIL. EN UN VASO CON "SOPORTE SOLIDO" (COLUMNA CROMATOGRAFICA NF XIV pp 866) MEZCLE BAJO DIRECCION DE COLUMNA CROMATOGRAFICA TRANSFIERA CUANTITATIVAMENTE A LA COLUMNA. PONGA 120 ml DE CLORF. SAT. CON AGUA, EN PORCIONES DIVIDIDAS, DENTRO DE LA COLUMNA. COLECTE 98 a 100 ml DEL ELUYENTE EN UN MATRAZ, AFORE CON CLORF. A 100 ml. MEZCLE. TOME 5 ml DE LA SOLN. A UN FCO. DE 50 ml, EVAPORE A SEQUEDAD SOBRE UN BAÑO DE VAPOR Y EL RESIDUO DISUELVALO EN 25 ml DE METANOL.

PROCEDIMIENTO: DETERMINE LAS ABS. A 241 nm, USE METANOL COMO BLANCO. CALCULOS:  $mg = 5C/V(Au/As)$

IDENTIFICACION: CENTRIFUGE UNA PORCION DE LA SUSP. DECANTE EL LIQUIDO SOBRENADANTE, LAVE EL RESIDUO CON AGITACION Y VARIAS PORCIONES DE AGUA DE 5 ml, CENTRIFUGE Y DECANTE DE NUEVO. SEQUE A 105° Y SE LE OBTENDRA UN PUNTO DE FUSION ENTRE 198 - 204°.

COMENTARIOS

HABLAREMOS PRIMERO DESDE EL PUNTO DE VISTA METODOLOGIA, YA QUE ES EL TEMA DE ESTE TRABAJO, UN COMPENDIO, RECOPIACION O BREVIARIO DE METODOS ANALITICOS, EN ESPECIAL PARA LOS CORTICOSTEROIDES SIENDO LA ESPECTROMETRIA UN METODO DE IDENTIFICACION, TANTO EN LA MATERIA PRIMA, COMO EN CADA UNA DE LAS FORMAS FARMACEUTICAS DE LAS MISMAS.

EL ANALISIS ESPECTROFOTOMETRICO YA SEA EN EL INFRARROJO, O BIEN EN EL ULTRAVIOLETA ES FUNDAMENTALMENTE UNA FUNCION DE LA ESTRUCTURA COMPLETA DE UNA SUSTANCIA, PODRIAMOS PENSAR EN ALGO SIMILAR A LAS HU-ELLAS DACTILARES DE LOS HUMANOS.

DENTRO DE LAS VENTAJAS ENCONTRAMOS ENTRE OTRAS LAS SIGUIENTES:

- I : LA RAPIDEZ Y SENCILLEZ DE SU DETERMINACION, SIENDO LA ABSORBANCIA, UNA PROPIEDAD NETA DE CADA SUSTANCIA, ASI COMO DETERMINANTE DE LA MISMA.
- II : LA DETERMINACION ULTRAVIOLETA, ORDINARIAMENTE SE AYUDA DE LA INFORMACION PREVIA DE UN COMPUESTO (COMO POR EJEMPLO LAS PRUEBAS QUIMICAS, COMPARACION CON EL PATRON DE REFERENCIA).
- III : LA ELECCION DEL SOLVENTE, SIENDO EN LA MAYORIA DE LAS MONOGRAFIAS (DE MATERIA PRIMA, O DE LAS FORMAS FARMACEUTICAS) EL ETANOL AL 95 % O ALCOHOL YA QUE ES UNO DE LOS MAS POLARES.
- IV : LA ABSORBANCIA INFRARROJA, ES EN SUS VALORES DE ABSORCION MOLAR, UNA QUE RARA VEZ, EXCEDE DE -- 1000, POR LO CUAL SE USAN MUESTRAS SIN DILUIR, O BIEN SOLUCIONES BASTANTE CONCENTRADAS.
- V : LA AYUDA DE UNA CURVA DE CALIBRACION, TAMBIEN DENOMINADA RECTA PATRON, LA CUAL SE UTILIZA PARA EVITAR LOS ERRORES DE DESVIACION Y PARA PROBAR EL COMPORTAMIENTO DE LA MUESTRA, Y ASI EVITAR LA INTERPRETACION DEL ERROR COMO DEFECTO DE NATURALEZA FISICA O FALLA DE UN SISTEMA QUIMICO.

DESVENTAJAS:

- I : LA EXISTENCIA DE DISCREPANCIAS CUANDO EL SOLUTO ABSORBENTE SE DISOCIA O ASOCIA EN SOLUCION, YA QUE LA NATURALEZA QUIMICA DE LAS SUSTANCIAS EN SOLUCION VARIA CON EL FACTOR CONCENTRACION.
- II : OTRO DE LOS PARAMETROS, ES LA TEMPERATURA, YA QUE CON FRECUENCIA, ESTA DESVIA EL EQUILIBRIO IONICO, PUESTO QUE UN AUMENTO DE TEMPERATURA DESVIARA LAS BANDAS DE ABSORCION A LONGITUDES DE -- ONDA MAS LARGAS (PARA MAYOR PRECISION DEBERIA USARSE UNA BAJA TEMPERATURA, NO PUDIENDO REALIZARSE, YA QUE LAS LECTURAS SON A LA TEMPERATURA AMBIENTE.
- III : OTRA DE LAS DESVENTAJAS SON LAS LUCES DISPERSADAS POR SUSPENSIONES O POR FLUORESCENCIA TENIENDO QUE NECESITAR AYUDA DE FILTROS APROPIADOS PARA MINIMIZAR EL ERROR.

OTRO DE LOS METODOS DE IDENTIFICACION Y DE VALORACION DE LAS FORMAS FARMACEUTICAS Y LA MATERIA PRIMA ES LA CROMATOGRAFIA (QUE ES UN METODO DE SEPARACION DE LAS SUSTANCIAS DE UNA MEZCLA) SIENDO PURIFICADAS POR ESTE METODO, ASI COMO YA MENCIONAMOS; IDENTIFICADAS Y VALORADAS.

EL DE MAS USO Y FRECUENCIA ES LA LLAMADA " CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA " Y CUYO FUNDAMENTO ES EL DE UTILIZAR SOLIDO COMO ADSORBENTE Y LIQUIDO COMO BASE MOVIL. SIENDO LA BASE EL ADSORBENTE, YA SEA EN PLACA O EN COLUMNA CROMATOGRAFICA.

EL METODO TIENE VIABILIDAD ECONOMICA, FACILIDAD DE SOLVENTES

ENTRE LAS DESVENTAJAS PODRIAMOS MENCIONAR:

I : EL TIEMPO, YA QUE EN LA PREPARACION, DESARROLLO Y REVELADO DE LA PLACA SE USA BASTANTE.

II : LA MANIPULACION DEL MATERIAL Y DE LOS RESULTADOS DE LAS PRUEBAS.

ESTE METODO SE USA TAMBIEN EN " ESTEROIDES EXTRAÑOS Y OTRAS IMPUREZAS" COMO METODO DE PUREZA CROMATOGRAFICA. AHORA DE LOS CORTICOSTEROIDES ( GLUCOCORTICOIDES Y MINERALOCORTICOSTEROIDES), LOS METODOS TIENEN VIABILIDAD PRACTICA, Y DESDE EL PUNTO DE VISTA ECONOMICO PUEDE DECIRSE QUE DEPENDE DE LA DEMANDA, YA QUE NO EXISTEN REGLAS FIJAS PARA SU ADMINISTRACION, SIENDO EL MEDICO EL QUE EXCLUSIVAMENTE PUEDE DETERMINAR LA NECESIDAD Y DOSIS REQUERIDA ACORDE A LA SINTOMATOLOGIA DEL PACIENTE, YA QUE EL USO DE LAS HORMONAS ESTEROIDALES ES MUY DELICADO Y NO SE DEBEN ADMINISTRAR SIN PRESCRIPCION MEDICA, DEBIDO A LOS EFECTOS TOXICOS, YA MENCIONADOS AL PRINCIPIO.

SIN EMBARGO, GRACIAS A LAS SINTESIS, Y A LA INMENSA GAMA DE GLUCOCORTICOIDES ENCONTRADA, SE DICE QUE ESTE PRODUCTO ES FACTIBLE EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA.

LOS CORTICOSTEROIDES Y SUS MULTIPLES FORMAS FARMACEUTICAS, TIENEN APLICACION FRECUENTE Y SE VAN Y ESTAN EXTENDIDOS EN CASI TODAS LAS ESPECIALIDADES MEDICAS, DEBIDO A SUS ACCIONES SOBRE EL ORGANISMO INHIBICION DE LA INFLAMACION, ALERGIAS, FIEBRE, APLICACIONES COMO ANTIREUMATICO, EN ALTERACIONES CUTANEAS, Y SIENDO MUY UTIL Y A VECES IMPRESCINDIBLE EN EL ASMA BRONQUIAL.

REALMENTE ESPERO, QUE POR ULTIMO SE LOGRE EL OBJETIVO FINAL DE ESTA TESIS: QUE SEA PRACTICA, COMPRENSIBLE Y DE UTILIDAD PARA SERVIR DE GUIA A MIS CONDICIPULOS EN ALGUNOS DE SUS TRABAJOS, TANTO EN EL TERCER RRENO ESCOLAR, ASI COMO EN EL PROFESIONAL.

### CONCLUSIONES

- 1.- ESTE COMPENDIO HA SIDO HECHO EN FORMA SINOPTICA BREVE Y PRACTICA, PARA FACILITAR SU MANEJO.
- 2.- SE HA ORGANIZADO Y VERIFICADO CADA INFORMACION PARA DAR MAS SEGURIDAD A ESTE COMPENDIO, DE LAS FUENTES MAS AVANZADAS SOBRE EL TEMA TRATADO A NIVEL TEORICO.
- 3.- POR LO QUE SE CONCLUYE FINALMENTE, QUE EL TRABAJO ES BREVE, CONCISO Y PRECISO PARA LA IDENTIFICACION DE CORTICOSTEROIDES EN SUSTANCIAS Y DIFERENTES FORMAS FARMACEUTICAS.



A B R E V I A T U R A S

|          |                      |                                 |                                                    |
|----------|----------------------|---------------------------------|----------------------------------------------------|
| mcg      | = microgramos        | P.R.                            | = PATRON DE REFERENCIA                             |
| g        | = gramos             | R                               | = AGENTE REVELADOR                                 |
| mcl      | = microlitros        | Au                              | = ABSORBANCIA DE MUESTRA                           |
| ml       | = mililitros         | As                              | = ABSORBANCIA DEL PATRON                           |
| nm       | = nanometros         | FCO(s)                          | = FRASCO (s)                                       |
| w / v    | = peso sobre volumen | Pp                              | = PRECIPITADO                                      |
| v / v    | = volumen a volumen  | SOLN. INY.                      | = SOLUCION INYECTABLE                              |
| desc.    | = descomposición     | C.C.F.                          | = CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA                       |
| SOLN.    | = SOLUCION           | DIST.                           | = DISTANCIA                                        |
| DISOLN.  | = DISOLUCION         | PP                              | = PAGINA                                           |
| SOLV.    | = SOLVENTE           | <u>SOLUCIONES</u>               |                                                    |
| SAT.     | = SATURADO           | HAc                             | = ACIDO ACETICO GLACIAL                            |
| S.T.     | = SOLN. TITULANTE    | HCl DIL.                        | = ACIDO CLORHIDRICO DILUIDO                        |
| SUSP.    | = SUSPENSION         | MeOH                            | = METANOL                                          |
| CONC.    | = CONCENTRACION      | EtOH                            | = ETANOL AL 95 %                                   |
| TEMP.    | = TEMPERATURA        | ClORF.                          | = CLOROFORMO o CHCl <sub>3</sub>                   |
| CTE.     | = CONSTANTE          | ACET.                           | = ACETONA                                          |
| AMB.     | = AMBIENTE           | DIOX.                           | = DIOXANO                                          |
| N        | = NORMALIDAD         | ALC.                            | = ALCOHOL                                          |
| M        | = MOLARIDAD          | ALC.H <sup>2</sup> DR.          | = ALCOHOL HIDRATADO                                |
| UV.      | = ULTRAVIOLETA       | DMF                             | = DIMETILFORMAMIDA                                 |
| IR.      | = INFRARROJO         | NaCl                            | = CLORURO DE SODIO                                 |
| ABS.MAX. | = ABSORCION MAXIMA   | NaOH                            | = HIDROXIDO DE SODIO                               |
| VAL.     | = VALORACION         | Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | = SULFATO DE SODIO (PO <sub>4</sub> ES EL FOSFATO) |
| VOL.     | = VOLUMEN            | CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> | = CLORURO DE METILENO                              |
| APLIC.   | = APLICACION         |                                 |                                                    |

B I B L I O G R A F I A

- 1.- CALVET.E.  
QUIMICA GENERAL APLICADA A LA INDUSTRIA.  
SAIVAT EDITORES BUENOS AIRES 1953.
- 2.- COMISION TECNICA CONSULTATIVA.  
FARMACOS  
COMITE DE FARMACOS MEXICO 1973.
- 3.- CLARK G.L.  
ENCICLOPEDIA DE QUIMICA  
OMEGA S.A. BARCELONA 1961.
- 4.- CLARKE G.  
ISOLATION & IDENTIFICATION OF DRUGS.  
THE PHARMACEUTICAL PRESS LONDON 1969.
- 5.- HIDALGO C.  
FARMACIA QUIMICA  
MEXICO
- 6.- WILLARD H.H & MERRIT L.L  
METODOS INSTRUMENTALES DE ANALISIS  
CONTINENTAL S.A. MEXICO 1972.
- 7.- MARTINDALE  
THE EXTRA PHARMACOPEIA  
THE PHARMACEUTICAL PRESS LONDON 1977.
- 8.- MERCK  
THE MERCK INDEX  
MERCK & CO. INC. UNITES STATES 1975.
- 9.- MERCK  
THE MERCK INDEX  
MERCK & CO. INC. UNITES STATES 1978.

- 10.- EUROPEAN PHARMACOPEIA VOL.I &II  
 MAISONNEUVE S.A. FRANCE 1971.
- 11.- BRITISH PHARMACEUTICAL CODEX  
 THE PHARMACEUTICAL PRESS LONDON 1968.
- 12.- BRITISH PHARMACEUTICAL CODEX  
 THE PHARMACEUTICAL PRESS LONDON 1973.
- 13.- UNITES STATES PHARMACOPEA XIX  
 U.S.A. 1975.
- 14.- NATIONAL FORMULARY XIV  
 AMERICAN PHARMACEUTICAL U.S.A. 1975.
- 15.- GRAHAM R.E & BIEHL E.R.  
 J.PHARM.SCI.,67,792 1978.
- 16.- OBREGON DEL RIO M.  
REVISION Y ACTUALIZACION DE  
FORMAS FARMACEUTICAS  
 (TESIS) MEXICO 1971.