

# Analýza statinů metodou plynové chromatografie

Soňa Poláková (roz. Pavlovičová)

## Abstrakt

Byla vyvinuta nová GC metoda pro stanovení statinů po jejich derivatizaci využitím FID detektoru. V průběhu experimentů byly dosaženy následující výsledky. Optimálních výsledků separace při analýze statinů bylo dosaženo při následujícím teplotním gradientu: první minutu při teplotě 250°C; dále se teplota zvyšovala rychlostí 10°C/min do výsledné teploty 320°C s další izotermickou částí. Plamenově-ionizační detektor byl termostatován na teplotu 320°C. Jako optimální derivatizační činidlo bylo zvoleno BSTFA+TMCS pro simvastatin, a N-tert-butyl(dimethylsilyl)trifluoracetamid pro atorvastatin. Přídavkem bezvodého uhličitanu draselného bylo získáno alkalické prostředí, které umožnilo derivatizaci. Nejvhodnější teplota pro derivatizaci je u obou léčiv 90°C. Čas po který je nezbytné nechat proběhnout derivatizaci je 60 minut u simvastatinu a 30 minut u atorvastatinu. Kvantifikace byla v obou případech provedena pomocí kyseliny mefenamové jako vnitřního standardu, která byla rovněž derivatizována, a to stejným derivatizačním činidlem jako dané léčivo. Derivatizace IS probíhala při teplotě 60°C po dobu 60 minut. Největší výtěžnosti reakce bylo dosaženo při použití polovičního množství derivatizačního činidla než je množství léčiva. Z důvodu lepší odezvy byl použit nástřík vzorku o objemu 8 µl a také vysokotlaký mod nástříku, kdy tlak na počátku kolony byl 150 kPa po dobu jedné minuty. Po derivatizaci se analyty eluovaly v podobě dvou píků. Limit detekce je 6,4644 µg/ml pro 1. pík simvastatinu; 3,1251 µg/ml pro 2. pík simvastatinu a 4,6250 µg/ml pro atorvastatin. Limit kvantifikace je 21,5479 µg/ml pro 1. pík simvastatinu; 10,4171 µg/ml pro 2. pík simvastatinu a 8,1254 µg/ml pro atorvastatin. Byla provedena pouze částečná validace metody.