

ABSTRAKT

Validace HPLC metody stanovení piroxikamu z plasmy s využitím SPME a deproteinace

Rigorózní práce

Mgr. Kristýna Kuželová

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové,
Katedra farmaceutické chemie a kontroly léčiv,
Heyrovského 1203, Hradec Králové

Tématem této rigorózní práce bylo bioanalytické hodnocení piroxikamu pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC).

Piroxikam byl izolován z plasmy pomocí SPME a deproteinace. Plasma byla vždy upravena na hodnotu pH 2,5. SPME se skládala z 20 minut sorpce na PDMS/DVB vlákno a 20 minut desorpce do 200 μ l methanolu. U druhé metody byl vzorek plasmy deproteinován acetonitrilem, 30 vteřin třepán a následně 5 minut centrifugován při 5 000 G. Poté byl odebrán supernatant, který byl analyzován pomocí HPLC.

HPLC analýza probíhala na koloně s reverzní fází C18. Mobilní fáze se skládala z roztoku čištěné vody a acetonitrilu (60:40 v/v), který byl okyselený kyselinou mravenčí na pH 2,5. Průtok mobilní fáze kolonou byl 1 ml/min, teplota byla nastavena na 40°C. Detekce analytu probíhala při 333 nm.

SPME i deproteinace byly validovány dle FDA. Sledována byla selektivita, správnost, přesnost, extrakční účinnost, linearita, detekční a kvantitativní limit a stabilita.