

VÝVOJ A VALIDACE HPLC METODY S FLUORESCENČNÍ DETEKČÍ PRO STANOVENÍ IBUPROFENU

Lenka Šimečková, Marek Mucha

Přírodovědecká fakulta Ostravské univerzity v Ostravě, Katedra chemie, 30. dubna 22, 701 03, Ostrava, 604 254 067, R11454@student.osu.cz

Abstrakt

Ibuprofen je léčivo ze skupiny nesteroidních antiflogistik, analgetik a antipyretik. Díky poměrně malému množství nežádoucích účinků, v porovnání s podobnými léčivými přípravky jako je například Aspirin, a snadné dostupnosti, oblíbenost tohoto léčiva a tím i hojnost jeho užívání neustále roste. Právě s touto oblíbeností a četností jeho užití pak souvisí některé problémy. V důsledku vylučování člověka (protože lidské tělo není schopno veškeré léčivo zmetabolizovat), vylučování zvířat (kterým bývá ibuprofen taktéž podáván) nebo neodbornou likvidací prošlých či nevyužitých léků, se ročně do životního prostředí dostává několik tisíc tun léčiv a jejich transformovaných produktů, včetně ibuprofenu [1.].

V dnešní době se stanovení ibuprofenu provádí mnoha analytickými metodami (jako například UV/VIS či IČ spektroskopie), nejrozšířenější však je kapalinová chromatografie (LC), která díky schopnosti ibuprofenu fluoreskovat může využívat fluorescenčního detektoru (FLD). A právě vývojem a validací takovéto LC metody s fluorescenčním detektorem se zabývá i tento příspěvek.

Na úvod byla na kapalinovém chromatografu Ultimate 3000 (dodavatel Bruker s.r.o., ČR) s využitím kolony Kinetex 5 μ C18 100A (Phenomenex, USA) vyvinuta LC – FLD metoda s těmito optimalizovanými parametry: teplota kolony – 30°C, nástřik – 5 μ l, excitační vlnová délka FLD – 224 nm, emisní vlnová délka FLD – 290 nm. Mobilní fáze, jejíž průtok činil 0,1 ml/min, měla složení 72 : 10 : 18 methanol : acetonitril : voda. Následovala validace vyvinuté metody, při níž byly stanoveny základní analytické parametry.

Nejnižší detekovatelné množství analytu – limit detekce (LOD) – činí 1 μ g/l, nejnižší kvantifikovatelné množství analytu – limit kvantifikace (LQD) – má hodnotu 5 μ g/l. Korelační koeficienty linearit jsou v rozmezí 0,99–1. Závislost signálu na koncentraci lze tedy považovat za lineární.

Opakovatelnost a reprodukovatelnost metody byly určeny se vzorky o koncentracích 5, 25 a 100 μ g/l, v případě opakovatelnosti z 20 analýz provedených během jednoho dne a v případě reprodukovatelnosti z analýz provedených během pěti po sobě následujících dní. Maximální odchylka opakovatelnosti má hodnotu $\pm 4,26$ %, v případě reprodukovatelnosti tato odchylka činí $\pm 5,95$ %. Nakonec byla vyhodnocena přesnost (vyjádřena jako odchylka 95% intervalu spolehlivosti od střední hodnoty) a správnost metody (vyjádřena jako % odchylka střední hodnoty od hodnoty udávané). Nejvyšší odchylka u přesnosti činí $\pm 1,04$ % a nejvyšší odchylka správnosti je $\pm 0,62$ %.

Hodnoty získaných nejvyšších odchylek zdaleka nedosahují ± 10 %, což je maximální akceptovatelná odchylka uváděná literaturou. O vyvinuté metodě lze tedy říci, že poskytuje dostatečně přesné a reprodukovatelné výsledky a je použitelná v běžných analytických laboratořích.

Klíčová slova: *Ibuprofen; HPLC; fluorescenční detekce; validace*

Poděkování

Tato práce byla vypracována s podporou grantu sgs01/PřF/2014.

Literatura

[1.] JAKIMSKA, A., KOT-WASIK, A., WASIK, A., NAMIEŚNIK, J. *Book of Abstracts. Euroanalysis XVII. conference, Warsaw, 2013, 352 s. ISBN: 978-83-7798-089-7.*