

เทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงเพื่อการพัฒนาวิเคราะห์หาสาร medroxyprogesterone acetate (MPA) ในพลาสมา(plasma) ร่วมกับตัวตรวจวัดแบบเคมีไฟฟ้าและแบบวัดความเข้มแสง ตัวอย่างสาร MPA ในพลาสมาจะถูกทำให้เกิดอนุพันธ์กับ 2,4-dinitrophenyl hydrazine ในสภาวะกรดภายหลังจากการถูกสกัดผ่านคอลัมน์ชนิด Sep-pak C₁₈ อนุพันธ์ที่ได้จะถูกแยกในระบบโครมาโทกราฟีโดยใช้คอลัมน์ชนิด Hypersil ODS ขนาด 5 μ m 125 x 4 mm ID และใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น acetonitril-MeOH-30mM phosphate pH3.0(39:39:22) ด้วยอัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที วิธีที่ได้มีความเฉพาะเจาะจงและให้ความสัมพันธ์แบบเป็นเส้นตรงในการหาปริมาณระหว่างความเข้มข้น 1-10 ng/mL โดยใช้ตัวอย่างจำนวน 2 มิลลิลิตร ความเที่ยง(Precision) ของวิธีแสดงด้วยค่า % RSD(relative standard deviation) ให้ความเที่ยงระหว่างวันเป็นเวลา 3วันวิเคราะห์เท่ากับ $11.52 \pm 3.36\%$ RSD ในทุกความเข้มข้นที่ทดลอง ส่วนความเที่ยงภายในวันเดียวกันมีค่าเท่ากับ 5.05 ± 2.7 โดยมีค่าความแม่นยำเท่ากับ 102.34 ± 7.45 ในทุกความเข้มข้นที่ศึกษาขีดต่ำสุดของการตรวจวัดเท่ากับ 0.2ng/mL และปริมาณต่ำสุดที่วัดได้เท่ากับ 1 ng/mL

ABSTRACT

169112

A method was developed for the analysis of medroxyprogesterone acetate (MPA) in plasma by using high performance liquid chromatography with electrochemical and ultraviolet detection. The spiked plasma sample containing MPA was extracted on Sep-pak C₁₈ columns then was derivatized with 2,4-dinitrophenylhydrazine in methanolic solution. The medroxyprogesterone derivative was separated by high-performance liquid chromatography on a Hypersil ODS column using acetonitrile-methanol-30mM phosphate buffer pH 3.0 (39:39:22) as a mobile phase with the flow rate of 1 mL/min. The method developed was a selective and gave linear relationship for concentrations ranging from a quantitation limit of 1 to 10 ng/mL for two mL spiked plasma sample. % Relative standard derivation (RSD) was presented for precision of the method. The inter-day precision for a period of 3 validation days was 11.52 ± 3.36 % for all concentrations. The %RSD of intra-day assay precision (n=5) was 5.05 ± 2.7 with the accuracy(n=5) of 102.34 ± 7.45 for all concentrations. The limit of detection(LOD) was 0.2 ng/ml and limit of quantitation(LOQ) was 1ng/mL.