

固相抽出とカラムスイッチング HPLC による ケトプロフェン異性体の定量

玉井 元, 恵谷政美, 今井日出夫

Anal. Sci., 7, 29-32 (1991)

Determination of Ketoprofen Enantiomers in Plasma by Solid Extraction and Column Switching High Performance Liquid Chromatography

Gen TAMAI, Masami EDANI and Hideo IMAI

ABSTRACT Protein-coated cyanopropyl silica gel packed in a precolumn was successfully used as an adsorbent for ketoprofen in blood plasma. After column switching, ketoprofen collected in the precolumn was transferred into an ovomucoid column, and the chiral separation was carried out by a mobile phase of 0.1M phosphate solution (pH 3.2) containing 20% methanol. The separation factor was 1.32, and the resolution was 1.30. The recovery by direct injection of plasma samples was approximately 100%, with a relative standard deviation of about 5% between days (n=6). The calibration graph of each enantiomer was a straight line up to 1 nmol; each detection limit was 5 pmol (S/N=5).

抄録 プレカラムに蛋白質で表面被覆したシアノプロピルシリカゲルを充填して、血漿中のケトプロフェンを吸着捕捉した後、カラムをスイッチして、オボムコイドカラムに20%メタノールを含むPB(pH 3.2)で移送溶離してキラル分離を行った。分離係数は1.3, 分離能は1.3, 血漿試料からの回収率は100%, 日差変動5%で, 検出限界5ピコモル, 1ナノモルまでの直線の検量線を得た。ラットに経口投与後, 30時間に亘り血中濃度変化を追跡した結果, R(-)体は3hで消滅するが, S(+)体は3hでピークとなり20~30hで消滅する。薬効の無いR(-)体から有効なS(+)体へのイソメラーゼによる酵素的変換が示唆されている。