



Methodieken

Bepaling van Midazolam in serum met het STIP-systeem.

C. Barella, R. Philipse, C. Pijnenburg,
Stichting Centrale Ziekenhuisapothek,
Hervensebaan 2,
5232 JL 's-Hertogenbosch.

Het S.T.I.P. - systeem :

Het STIP-systeem is een reversed-phase HPLC-systeem met diode-array detectie, ontwikkeld voor toxicologische screening, maar is ook voor andere toepassingen inzetbaar.

Het STIP-systeem staat volledig beschreven in Ziekenhuisfarmacie, 6e Jaargang, Nr.1, Maart 1990, pagina 1 - 4.

Therapeutische waarde:

Midazolam : 80-250 µg/L

Materialen :

Interne standaard: desalkylflurazepam 4 µg/ml in H₂O

Natriumhydroxide : 2 N in H₂O

Kaliumhydroxide : 10 % in H₂O

Ethanol absoluut : Merck, art.nr. 983

Dichloormethaan : Lichrosolv kwaliteit, Merck, art.nr. 6044

Acetonitril : Lichrosolv kwaliteit, Merck, art.nr. 30

fosforzuur 85 % : P.A. kwaliteit, Merck, art.nr. 573

triethylamine : Zur Synthese, Merck, art.nr. 808352

HPLC - systeem :

S.T.I.P. - systeem

kolom : STIP-kolom, Merck, art.nr. 21568
mobiele fase : 470 ml CH₃CN+530 ml buffer.

buffer voor mobiele fase : 530 ml H₂O + (STIP-factor * 705) µl

fosforzuur + 146 µl triethylamine.

Breng op pH=3.3 met 10% KOH.

Photo diode array detector L-3000
Merck/Hitachi

Pomp L-6000 Merck/Hitachi

2-kanaals integrator D-2000

Merck / Hitachi

attenuation integrator : 5

Werkwijze :

Hoeveelheid serum : 1000 µl
interne standaard : 150 µl
2 N NaOH : 100 µl

Mengen en extraheren met 5 ml Dichloormethaan.

5 minuten centrifugeren bij 3000 rpm.

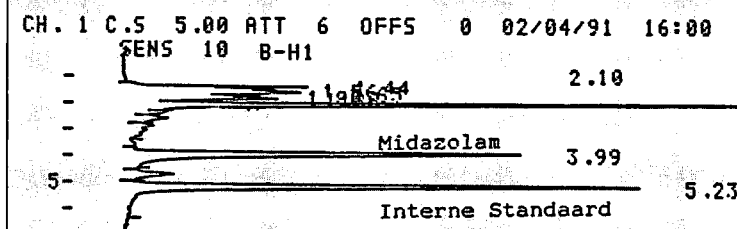
Water/eiwitlaag verwijderen, dichloormethaanlaag overbrengen in schone buis en indampen onder een luchtstroom bij 40 °C.

Oplossen in 50 µl mobiele fase en 20 µl injecteren in de vloeistofchromatograaf.

Retentietijden :

Midazolam : 4.00 min.

Interne standaard : 5.23 min.



Chromatogram van een standaard van 150 µg/L Midazolam in kalfsserum bij 204 nm.



Softwarehoek

STIP- software

Versie 3.6 van de STIP-software is gereed.

Voor geregistreeerde gebruikers te verkrijgen door het toesturen van een geformatteerde (720 Kb/1.44 Mb) 3.5 inch diskette aan:

Stichting Centrale Ziekenhuisapothek,
tav het laboratorium,
Hervensebaan 2,
5232 JL 's HERTOGENBOSCH

Vergeet de afzender niet te vermelden!