

离子色谱法测定盐酸多巴胺注射液中抗氧化剂焦亚硫酸钠含量

LC-262

摘要： 本文使用离子色谱仪建立了盐酸多巴胺注射液中抗氧化剂焦亚硫酸钠的分析方法。并对方法的线性、准确性、重现性及加标回收率进行了考察。结果显示，焦亚硫酸在 5-40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内线性关系良好；对照品溶液连续进 6 针，保留时间和峰面积的 RSD% 均在 0.04% 和 0.99% 以内，重复性好，稳定性强；样品加标在 83.58~108.45 之间，方法可靠，本应用建立的方法准确、灵敏、重复性好，可为盐酸多巴胺注射液中焦亚硫酸钠的用量控制提供参考。

关键词： 离子色谱法 盐酸多巴胺注射液 焦亚硫酸钠

盐酸多巴胺注射液，适用于心肌梗死、创伤、内毒素败血症、心脏手术、肾功能衰竭、充血性心力衰竭等引起的休克综合征；由于本品可增加心排量，也用于治疗洋地黄和利尿剂无效的心功能不全症。

盐酸多巴胺注射液结构中具有儿茶酚(邻苯二酚)结构，性质不稳定，易被氧化变质，因此制备注射剂时均加入了一定的抗氧化剂来延缓药物氧化，增加药物的稳定性和有效性。注射液中常见的抗氧化剂包括亚硫酸钠、焦亚硫酸钠、亚硫酸氢钠、硫代硫酸钠等。本研究选取的盐酸多巴胺注射液中添加的抗氧化剂为焦亚

硫酸钠，但是焦亚硫酸钠极易被氧化，而其氧化后的产物又可能对人体造成危害。因此为提高产品安全性，应对其进行质量控制。焦亚硫酸钠常见的检测方法有氧化还原滴定法、紫外-可见分光光度法、离子色谱法等。离子色谱法具有专属性强、灵敏度高、操作自动化等特点，适合焦亚硫酸的检测。

本文采用离子色谱法测定盐酸多巴胺注射液样品中的抗氧化剂焦亚硫酸，操作性和实用性强，可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 IC-16 离子色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20Alite

柱温箱：CTO-20A

脱气机：DGU-20A

色谱工作站：LabSolutions LC Version 5.99

自动进样器：SIL-16i

输液泵：LC-16i

抑制器：AS-1000

1.2 分析条件

色谱柱：以烷醇季铵为功能基的乙基乙烯基苯-二乙烯基苯聚合物树脂作为填料的阴离子交换色谱柱，250 mm \times 4 mm I.D., 9 μm

淋洗液：20 mM KOH 溶液

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

进样量：25 μL

流速：1 mL/min

抑制电流：75 mA

洗脱方式：等度洗脱

1.3 溶液配制

1.3.1 系列标准溶液

精密取亚硫酸钠对照品适量，用 0.2% 乙醛水溶液溶解并稀释成含焦亚硫酸 5、10、15、30 和 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列浓度的标准曲线溶液。

1.3.2 供试品溶液

精密量取盐酸多巴胺注射液 0.01 mL，置 10 mL 量瓶中，用 0.2% 乙醛溶液定容，摇匀。

1.3.3 加标回收溶液

精密量取供试品溶液，精密加入混合标准溶液，摇匀，制成每 1 mL 中含焦亚硫酸 5、15、30 μg 的溶液低、中、高加标回收溶液。

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

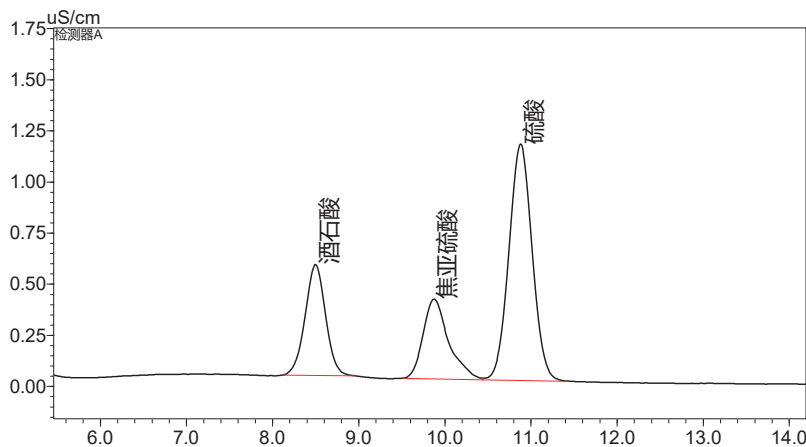


图 1 标准溶液定量下限 (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 色谱图

2.2 线性

将焦亚硫酸标准工作溶液，按“1.2 分析条件”进行测定，使用外标法定量。以峰面积为纵坐标，对应的标准工作溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，如图 2 所示。校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.999，准确度在 96.4%~110.2% 之间。

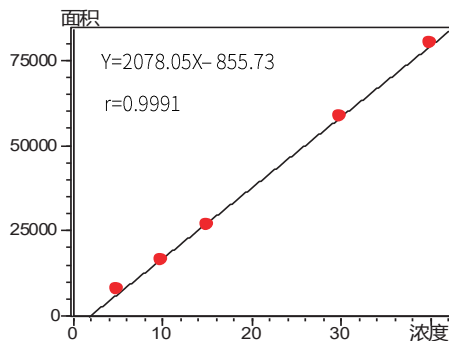


图 2 标准曲线

2.3 精密度

采用 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 1 所示。结果显示：目标物保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.01%~0.04% 和 0.17%~0.99% 之间，显示仪器精密度良好。

表 1 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

目标物名称	理论浓度 (µg/mL)	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
焦亚硫酸	5	0.04	0.99
	40	0.01	0.17

2.4 加标回收率

精密量取“1.3.3”项下的加标回收溶液，按“1.2”项下色谱条件进样测定，按以下公式考察回收率。

$$\text{回收率}\% = \frac{C_{\text{实测}} - C_{\text{样品}}}{C_{\text{添加}}} \times 100\%$$

其中

$C_{\text{实测}}$ 为实际测试浓度

$C_{\text{样品}}$ 为样品浓度

$C_{\text{添加}}$ 为添加浓度

添加浓度及加标回收率具体结果如表 2 所示。

表 2 加标回收率结果

目标物名称	添加浓度 (µg/mL)	回收率 (%)	添加浓度 (µg/mL)	回收率 (%)	添加浓度 (µg/mL)	回收率 (%)
焦亚硫酸根	5	83.58	15	108.45	30	98.57

2.5 样品测定结果

精密量取盐酸多巴胺注射液，按照“1.3.2 供试品溶液”方法处理及“1.2 分析条件”进行测定，样品中检出焦亚硫酸 7.11 µg/mL，色谱图如图 3 所示。

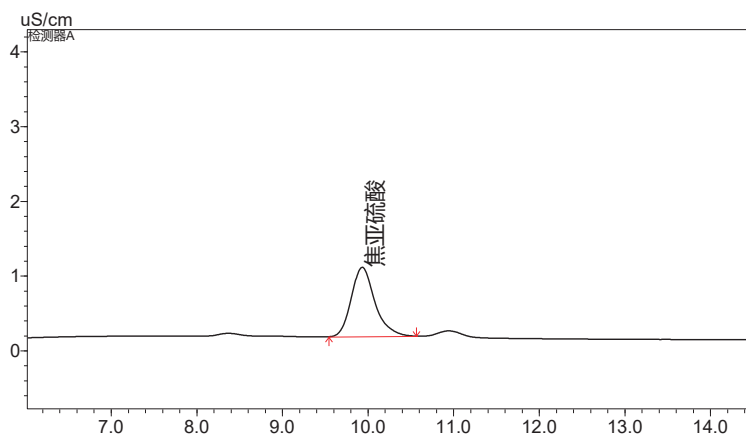


图 3 盐酸多巴胺注射液样品色谱图

结论

本应用建立了采用岛津离子色谱仪 IC-16 测定盐酸多巴胺注射液中抗氧化剂焦亚硫酸钠的检测方法。该方法灵敏度高、重复性好，可用于盐酸多巴胺注射液中抗氧化剂焦亚硫酸钠的检测。

岛津应用云

