

# 利用离子色谱测定门冬氨酸钾镁注射液中门冬氨酸钾和门冬氨酸镁的含量

LC-270

**摘要：** 本文使用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪建立了测定门冬氨酸钾镁注射液中门冬氨酸钾和门冬氨酸镁含量的分析方法。本方法参照“门冬氨酸钾镁注射液（I）国家药品标准修订草案公示稿”【含量测定】项下门冬氨酸钾与门冬氨酸镁，以外标法定量，钾离子和镁离子在 1.0~50.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ （以镁离子计）浓度范围内相关系数  $r>0.999$ ，准确度为 93.2-106.1%。低中高浓度混合标准工作溶液重复性保留时间 RSD% 为 0.005~0.02%，峰面积 RSD% 为 0.10~0.27%；方法回收率在 88.5~102.5% 之间。实验结果表明，该方法能快速准确地测定门冬氨酸钾镁注射液中门冬氨酸钾和门冬氨酸镁的含量。

**关键词：** 离子色谱 门冬氨酸钾镁注射液 国家药品标准

门冬氨酸钾镁是门冬氨酸钾盐和镁盐的混合物，用于低钾血症、低钾及洋地黄中毒引起的心律失常，病毒性肝炎，肝硬化合肝性脑病的治疗。镁离子和钾离子是细胞内重要的阳离子，它们对许多酶的功能起着重要的作用，能结合大分子到亚细胞结构上，并与肌肉收缩的机制有关。

2021 年，国家药典委员会发布了“门冬氨酸钾镁注射液（I、II、III）国家药品标准修订草案公示稿”（注射液 I、II、III 规格不同，含量测定方法相同），公示稿中，

门冬氨酸钾和门冬氨酸镁含量测定方法由原来的滴定法及重量法改为离子色谱法。与滴定法及重量法相比，离子色谱法操作更为简便快捷，准确度高。

本实验参照“门冬氨酸钾镁注射液（I）国家药品标准修订草案公示稿”【含量测定】项下门冬氨酸钾与门冬氨酸镁，使用 Essentia IC-16 离子色谱仪配置阳离子抑制器，对门冬氨酸钾和门冬氨酸镁进行含量测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果符合国家药品标准的相关要求，供制药药检相关从业人员参考。

## ■ 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

自动进样器：SIL-16i

柱温箱：CTO-20A

输液泵：LC-16i

脱气机：DGU-20A<sub>3R</sub>

抑制器：SHY-C-5

检测器：CDD-10A<sub>VP</sub>

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.109

### 1.2 分析条件

色谱柱：IonPac™ CS12A 阳离子色谱柱（250 mm× 2.0 mm I.D.，6  $\mu\text{m}$ ）

流动相：0.02 mol/L 甲烷磺酸溶液

流速：0.2 mL/min

抑制电流：12 mA

柱温：35°C

进样体积：2.5  $\mu\text{L}$

洗脱方式：等度洗脱

## ■ 样品前处理

参照“门冬氨酸钾镁注射液（I）国家药品标准修订草案公示稿”【含量测定】项下门冬氨酸钾与门冬氨酸镁配制：

供试品溶液制备：精密量取本品 1 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 5 mL，置 50 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液制备：取 6 种阳离子混合标准溶液适量，用水稀释分别制成每 1 mL 中含钾 14  $\mu\text{g}$  和镁 10  $\mu\text{g}$  的溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 系统适用性

按照 1.2 中分析条件，取 2 中的系统适用性溶液进行测定，色谱图如图 1 所示，结果见表 1（国标中规定，系统适用性溶液色谱图中，理论板数按钾离子峰计算不低于 3000，按镁离子峰计算不低于 2000，各离子峰之间的分离度应符合要求。）。

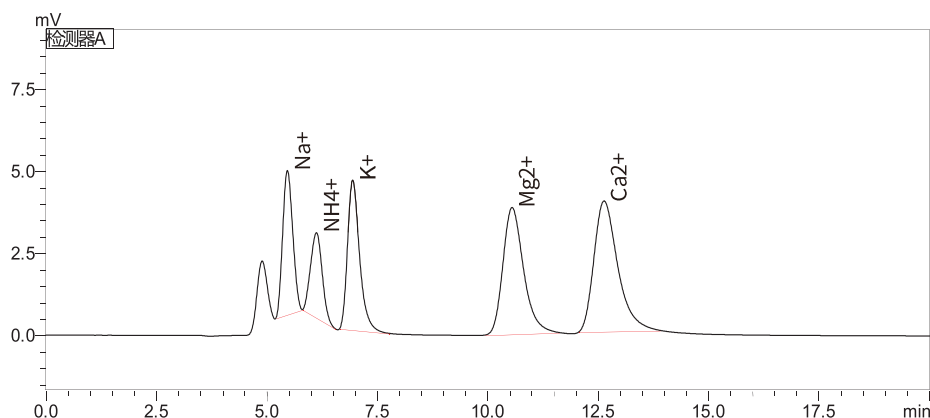


图 1 系统适用性溶液色谱图（以钾离子计 14  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

表 1 系统适用性溶液测定结果

#	离子类型	理论塔板数	理论塔板数 (标准要求)	分离度	分离度 (标准要求)
1	Na <sup>+</sup>	/	/	/	/
2	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	/	/	1.5	
3	K <sup>+</sup>	3211	≥ 3000	1.6	≥ 1.0
4	Mg <sup>2+</sup>	2551	≥ 2000	5.6	
5	Ca <sup>2+</sup>	/	/	2.4	

### 3.2 线性

取 6 种水溶性阳离子混合标准溶液，用水稀释分别制成以镁离子计浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合标准工作溶液，按照 1.2 分析条件进行测定。以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，进行线性回归分析。结果表明，在线性范围内，钾离子和镁离子线性良好，线性相关系数均大于 0.999，具体结果见表 2。

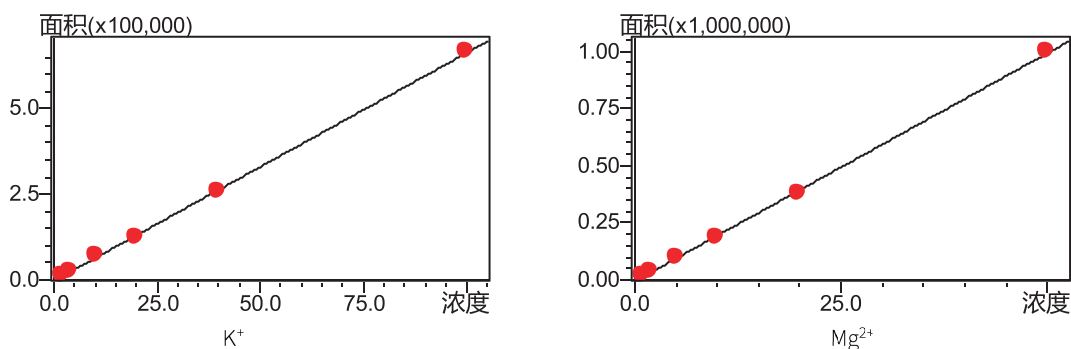


图2 钾离子和镁离子校准曲线

表2 钾离子和镁离子标准曲线结果

离子类型	线性范围 ( $\mu\text{g/mL}$ )	相关系数 ( $r$ )	准确度 (%)	检测限 LOD( $\mu\text{g/mL}$ )	定量限 LOQ( $\mu\text{g/mL}$ )
$\text{K}^+$	2.0-100.0	0.9995	94.5-104.1	0.01	0.03
$\text{Mg}^{2+}$	1.0-50.0	0.9993	93.2-106.1	0.01	0.02

### 3.3 精密度

取混合标准工作溶液三组（以镁离子浓度分别为 2.0  $\mu\text{g/mL}$ 、10.0  $\mu\text{g/mL}$ 、20.0  $\mu\text{g/mL}$ ）按照 1.2 分析条件连续进样 6 次，考察仪器精密度，结果如表 3，钾离子和镁离子保留时间 RSD% 为 0.005~0.02%，峰面积 RSD% 为 0.10~0.27%，仪器精密度良好。

表3 精密度试验结果 (n=6)

离子类型	2.0 $\mu\text{g/mL}$		10.0 $\mu\text{g/mL}$		20.0 $\mu\text{g/mL}$	
	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
$\text{K}^+$	0.01	0.15	0.01	0.10	0.006	0.12
$\text{Mg}^{2+}$	0.02	0.27	0.005	0.20	0.006	0.11

### 3.4 方法回收率

取已知钾离子和镁离子含量的供试品，分别精密加入相当于两种化合物含量的 80%、100% 与 120% 的对照品，按 2 中供试品溶液的制备进行样品前处理，制备低、中、高 3 种浓度的溶液，进样测定，回收率测定结果见表 4。钾离子回收率为 96.4~102.5%，镁离子回收率为 88.5~96.4%。

表4 回收率测定结果 (n=3)

离子类型	低浓度 (80%)	中浓度 (100%)	高浓度 (120%)
$\text{K}^+$	100.4%	102.5%	96.4%
$\text{Mg}^{2+}$	88.5%	91.4%	96.4%

### 3.5 样品测定

取 2 中配制得到的供试品溶液（供试品 A、B、C），按 1.2 中的分析条件进行测定，色谱图如图 3 所示，含量测定结果见表 5。

“门冬氨酸钾镁注射液 (I) 国家药品标准修订草案公示稿”【含量测定】项下门冬氨酸钾与门冬氨酸镁规定：按外标法以峰面积分别计算钾和镁的含量，钾的含量乘以 4.3787 和镁的含量乘以 11.8703 即分别为门冬氨酸钾 ( $C_4H_6KNO_4$ ) 和门冬氨酸镁 ( $C_8H_{12}MgN_2O_8$ ) 的含量。含门冬氨酸钾 ( $C_4H_6KNO_4$ ) 和门冬氨酸镁 ( $C_8H_{12}MgN_2O_8$ ) 均应为标示量的 95.0% ~ 105.0%。

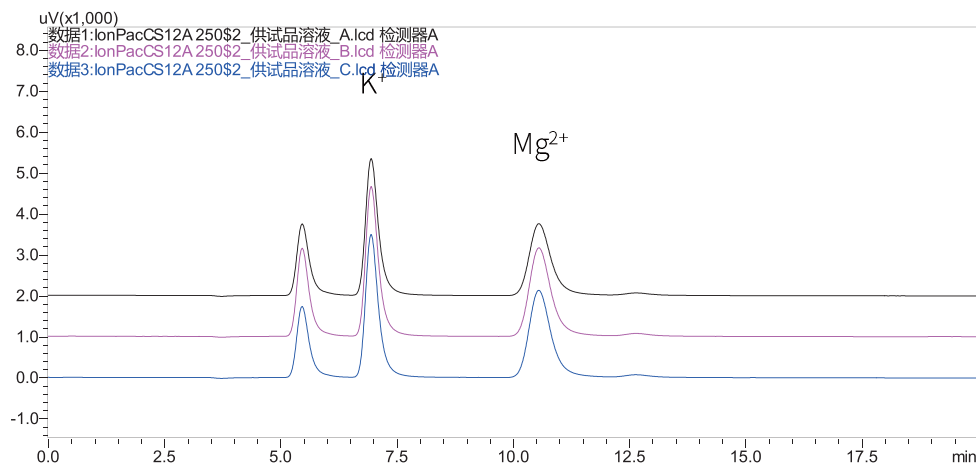


图 3 供试品溶液色谱图（供试品 A、B、C）

表 3 精密度试验结果 (n=6)

化合物名称	含量 (g)				标示量 (%)			
	A	B	C	标准要求	A	B	C	标准要求
门冬氨酸钾	43.5	46.5	45.5	45.2	96.2	102.9	100.7	95.0~105.0
门冬氨酸镁	39.0	40.3	40.2	40.0	97.5	100.8	100.5	

## 结论

本文使用岛津阳离子抑制型离子色谱仪对门冬氨酸钾镁注射液中门冬氨酸钾和门冬氨酸镁的含量进行测定。实验结果表明，系统适用性试验、线性、精密度、回收率结果均符合国家药品标准规定。结果表明该方法稳定性良好、结果准确度高；与传统的滴定法及重量法相比，离子色谱法操作简便快捷，节省时间，准确度高。该方法为制药药检相关行业对药品质量控制和分析的检验检测工作提供了参考。

岛津应用云

