

离子色谱脉冲安培法测定硫酸阿米卡星

张 岩¹ 孙郑冬²

(1 河北省食品质量监督检验研究院, 石家庄 050091;

2 瑞士万通中国有限公司 中心实验室, 北京 100192)

摘 要 根据欧洲药典更新了硫酸阿米卡星的测试方法, 采用新的壁射式脉冲安培检测器获得了相关系数达 0.999 9 线性工作曲线和 0.40 mg/L 的方法检出限。同时, 讨论了测试过程中需注意的淋洗液配制过程并优化了脉冲安培检测器参数。

关键词 离子色谱法; 硫酸阿米卡星; 脉冲安培检测器; 欧洲药典

中图分类号: O657.7⁺5; TH833 **文献标识码:** A **文章编号:** 2095-1035(2012)S0-0000-00

1 引言

硫酸阿米卡星是一种氨基糖苷类抗生素, 对多数肠杆菌科细菌有良好的作用^[1]。中国药典采用薄层色谱法, 美国药典 USP 采用阴离子交换色谱法, 采用与欧洲药典相同分离机理及反相液相色谱对目标物质及相关杂质进行分离, 并改进电化学检测池, 获得较好的分离和检出。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

850 Professional 离子色谱仪(高压梯度泵), 889 自动进样器, 872 柱后衍生高压泵, 壁射式安培检测池, Au 工作电极, Ag/AgCl 参比电极。

Na₂SO₄ (Sigma Aldrich 71960)、KH₂PO₄ (Fluka 60220)、H₃PO₄ (Fluka 79620)、NaOH 30% (Merck 1.05589.0250)、C₄H₈O (Sigma Aldrich 34865, 四氢呋喃)、辛烷磺酸钠(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司)、C₈H₁₇NaO₃S·H₂O (Fluka 74884-10g, 优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 超纯水(电阻率≥18.2 MΩ·cm)。

2.2 色谱条件

色谱柱: Supelco Discovery C18(5 μm, 250 mm × 4.6 mm); 柱温: 40 °C, 20 μL 定量环。淋洗液 A: 辛烷磺酸钠(1.95 g/L) + Na₂SO₄(20 g/L) + 四氢

呋喃(1.4%) + KH₂PO₄(5%); 淋洗液 B: 辛烷磺酸钠(1.95 g/L) + Na₂SO₄(28 g/L) + 四氢呋喃(1.4%) + KH₂PO₄(5%), 上述 A、B 相溶液均用磷酸调整 pH 值到 3.0 并脱气过滤除二氧化碳。柱后衍生试剂: NaOH(400 mmol/L), 使用除二氧化碳纯水配置, 流速 0.3 mL/min。

表 1 梯度淋洗条件

时间/min	淋洗液 A/%	淋洗液 B/%	流速/(mL·min ⁻¹)
0~3	100	0	1.0
3~38	100~30	0~70	1.0
38.1~68	0	100	1.0
68~78	100	0	1.0

检测器参数: PAD(脉冲安培模式); E₁: 0.05 V; E₂: 0.75 V; E₃: -0.15 V; t₁: 0.3 s; t₂: 0.05 s; t₃: 0.2 s; 量程: 200 μA; 检测器温度: 35 °C。

2.3 标准溶液配制

分别配制含 0.66、1.32、2.64、6.60 mg/L 4 组标准溶液, 另取 33 mg 硫酸阿米卡星溶解到 50 mL 容量瓶中作为样品溶液(TS)待稀释。

3 结果与讨论

3.1 工作曲线线性相关性

依次测试 2.3 配制的 4 点标准溶液, 得到线性工作曲线方程如下: $A = 1.61 + 0.45C$ (其中 A 为峰面积 nA·min, C 为样品浓度 mg/L), 线性相关度

为 0.999 9。

3.2 样品分析

取 5 mL 2.3 中的待稀释液定容至 10 mL 得到待测液。在待测液中分别加入不同浓度的标准溶液进行测定。样品测试过程中淋洗液制备需要注意除气,并且现用现配,这有利于减小背景值并获得稳定的基线和更小的噪音。样品谱图见图 1。从测定结果得出样品的回收率为 89%~92%。

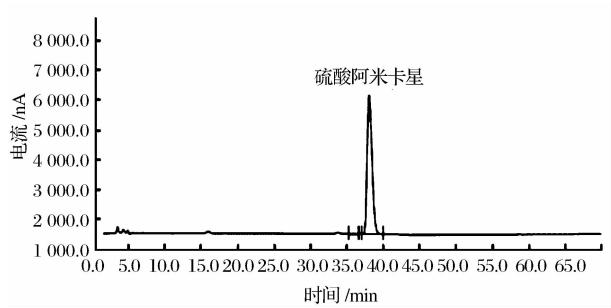


图 1 样品溶液测试谱图

4 结论

建立了离子色谱脉冲安培法测定硫酸阿米卡星的方法,根据 3 倍信比,计算得到方法的检测限为 0.40 mg/L。方法定量准确、可靠。

参考文献

[1] 李茜,刘英,韩春霞等. 离子色谱法测定硫酸阿米卡星原料及其制剂的有关物质[J]. 药物分析杂志,2012(2): 318-322.