

INSTITUTO NACIONAL DE MEDICAMENTOS (INAME)

FARMACOPEA ARGENTINA

AV. CASEROS 2161

1264 BUENOS AIRES
REPUBLICA ARGENTINA

FAX 5411-4340-0853

CLORHIDRATO DE DOPAMINA

Sustancia de Referencia para Ensayos Físico-Químicos

(Control N° 117032)

Clorhidrato de 4-(2-aminoetil)-1,2-bencenodiol.

$C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$

P. Mol.: 189,6

Descripción: polvo blanco cristalino.

Espectro de absorción infrarrojo:

Sustancia tal cual.

Equipo: espectrómetro FT-IR Perkin Elmer, modelo Spectrum Two.

Disco de KBr.

Concentración: aproximadamente 1 mg en 100 mg de KBr.

(Ver espectro adjunto).

Pérdida por secado: 0,0 % (Determinaciones efectuadas: 6; desviación estándar: 0,05).

Temperatura: 105 °C.

Tiempo: 2 horas.

pH: 4,7.

Determinado en una solución de 40 mg/ml en agua libre de dióxido de carbono.

Equipo: Metrohm, modelo 716 DMS Titrimo.

Espectro de absorción ultravioleta:

Precauciones: no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

Concentración de la solución: 0,056 mg/ml.

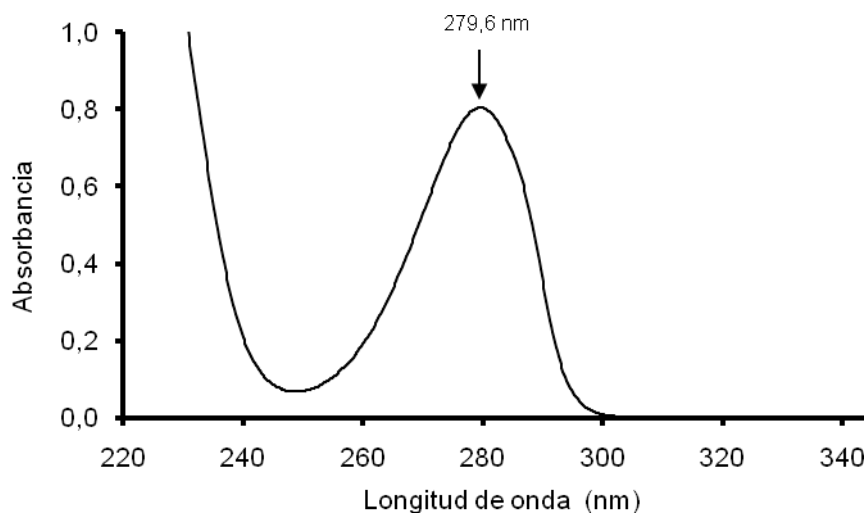
Disolvente: ácido clorhídrico 0,1 M.

Cubetas de 1 cm de paso óptico.

Slit: 0,5.

Barrido UV entre 220 y 350 nm, efectuado con velocidad lenta.

Equipo: espectrofotómetro Shimadzu, modelo UV 2700.



Absorbancia:

Concentración de la solución, disolvente, cubetas, slit, equipo y precauciones: ídem "Espectro de absorción ultravioleta".

λ : 279,6 nm.

$A = 0,793$ (Determinaciones efectuadas: 11; desviación estándar: 0,003).

Nota: la lectura de cada solución se realizó dentro de los 10 minutos de su preparación.

Estimación de impurezas presentes por cromatografía líquida de alta eficacia:

Precauciones: no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

Equipo: cromatógrafo líquido de alta eficacia Shimadzu, modelo LC-20A, con procesador de datos LabSolutions.

Columna: Phenomenex-Synergi Hydro – RP 80 A; longitud: 25,0 cm; diámetro interno: 4,6 mm, diámetro de partícula: 4 μ m.

Longitud de onda: 280 nm.

Temperatura: 30 °C.

Fase móvil: Solución reguladora - Solución A - Solución B.

Solución reguladora: disolver 21 g de ácido cítrico en 200 ml de hidróxido de sodio 1 M, diluir a 1 litro con agua y homogeneizar. A 600 ml de esta solución agregar 400 ml de ácido clorhídrico 0,01 M y homogeneizar.

Solución A: disolver 1,08 g de octanosulfonato de sodio en 880 ml de solución reguladora, agregar 50 ml de metanol, 70 ml de acetonitrilo y homogeneizar. (880:50:70).

Solución B: disolver 1,08 g de octanosulfonato de sodio en 700 ml de solución reguladora, agregar 100 ml de metanol, 200 ml de acetonitrilo y homogeneizar. (700:100:200).

Flujo: 1,0 ml/minuto.

Condición de la corrida: gradiente.

Programa de gradiente en función del tiempo:

minutos	% A (V/V)	% B (V/V)
0 – 5	90	10
5 – 20	90 → 40	10 → 60
20 – 45	40	60
45 – 50	40 → 90	60 → 10
50 – 60	90	10

Disolvente: Solución A.

Muestra: Clorhidrato de Dopamina.

Concentración: ~ 2,0 mg/ml.

Preparación de la solución muestra: pesar exactamente alrededor de 50 mg de Clorhidrato de Dopamina, transferir a un matraz aforado de 25 ml, completar a volumen con solución A y homogeneizar.

Solución de referencia: solución diluida de Clorhidrato de Dopamina.

Concentración: ~ 0,002 mg/ml.

Preparación: pesar exactamente alrededor de 2,5 mg de Clorhidrato de Dopamina, transferir a un matraz aforado de 100 ml, completar a volumen con disolvente y homogeneizar. Transferir 2 ml de esta solución a un matraz aforado de 25 ml, completar a volumen con disolvente y homogeneizar.

Volumen inyectado: 10 µl.

Cantidad de soluciones de muestras independientes inyectadas: 6.

Cantidad de soluciones de referencia independientes inyectadas: 6.

Resultado: se detecta la presencia de 11 impurezas.

	Tiempo de retención aproximado (minutos)	% de área respecto de la solución de referencia pico principal
Dopamina	12,7	
Impureza desconocida	14,5	0,010
Impureza desconocida	16,3	0,009
Impureza desconocida	31,7	0,018
Impureza desconocida	32,3	0,025
Impureza desconocida	33,6	0,002
Impureza desconocida	34,2	0,023
Impureza desconocida	34,7	0,002
Impureza desconocida	35,0	0,006
Impureza desconocida	37,2	0,007
Impureza desconocida	41,8	0,004
Impureza desconocida	42,5	0,003

Impurezas totales estimadas: 0,11 %.

Análisis térmico: la pureza estimada por Calorimetría Diferencial de Barrido, sobre sustancia tal cual, fue de 99,28 moles %. (Determinaciones efectuadas: 6, coeficiente de variación: 0,04 %).

Equipo: termoanalizador Mettler Toledo, modelo DSC 821^e.

Se emplearon crisoles de aluminio de 40 µl cerrados, con tapa perforada y con atmósfera de nitrógeno (caudal: 155 ml/min).

Temperatura inicial: 230 °C.

Velocidad de calentamiento: 3 °C/minuto.

Temperatura de fusión de los últimos cristales: 247,6 °C (Determinaciones efectuadas: 6).

Valoración: 99,4 %; calculado sobre la sustancia secada (Determinaciones efectuadas: 12; coeficiente de variación: 0,19 %).

Método: titulación potenciométrica con solución de ácido perclórico 0,05 N.

Patrón primario: biftalato de potasio.

Disolvente del patrón primario: 50 ml de ácido acético glacial.

Disolvente de la muestra: 50 ml de anhídrido acético y 10 ml de ácido fórmico.

Equipo: titulador automático Metrohm, modelo Titrando 904.

Electrodo de referencia Ag/AgCl para medio no acuoso, Metrohm EA 440.

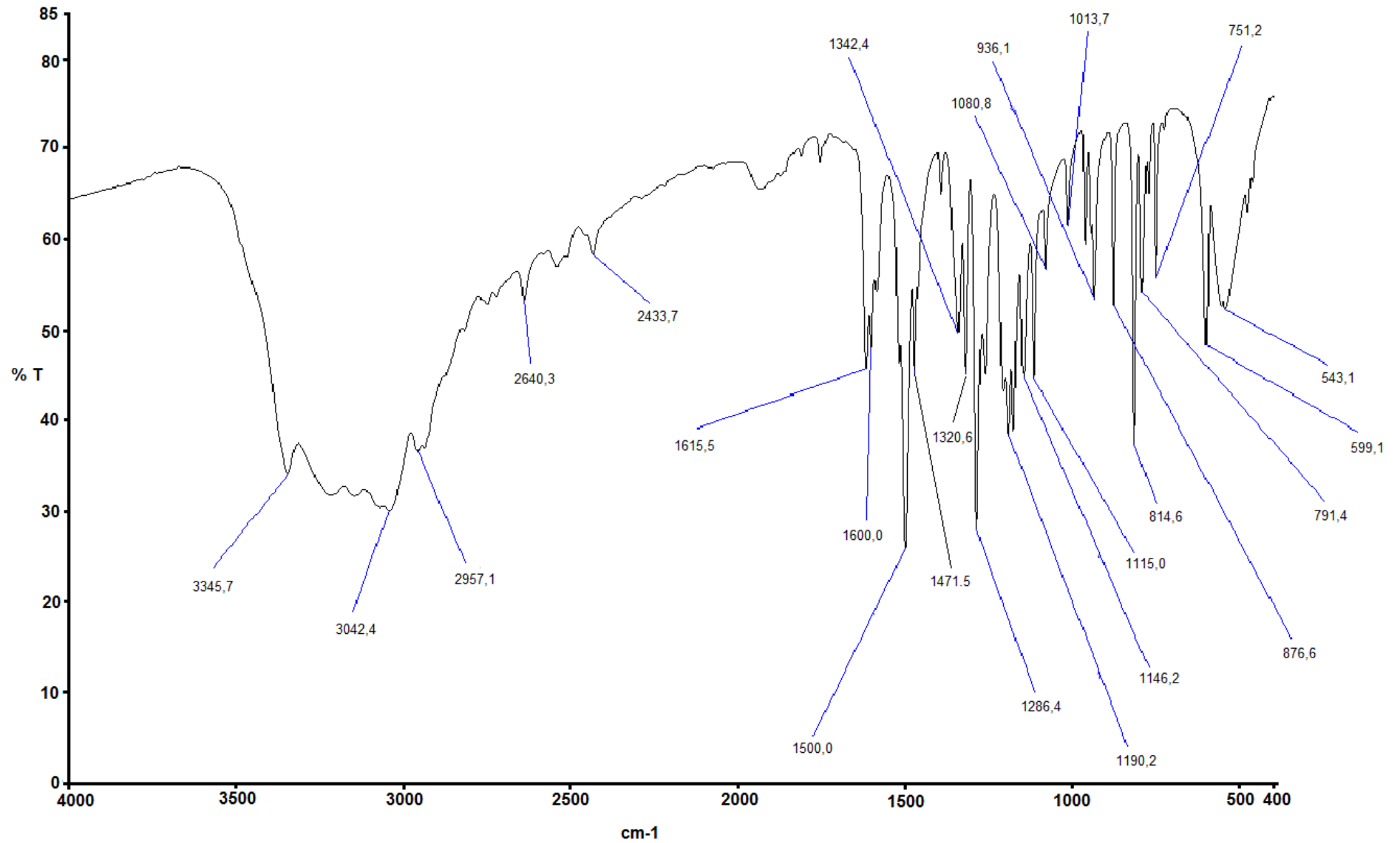
Electrodo indicador: electrodo de vidrio Metrohm EA 109.

Efectuar correcciones por blancos tanto para la valoración de la solución titulante, como así también para la valoración de la sustancia.

Precauciones: no exponer la sustancia ni sus soluciones a la luz.

Conservación: esta Sustancia de Referencia debe conservarse al abrigo de la luz, en envase herméticamente cerrado, a $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ y en ambiente de baja humedad.

Uso: la Sustancia de Referencia Clorhidrato de Dopamina está destinada exclusivamente a ser usada en ensayos físico-químicos y no debe ser utilizada para consumo humano o animal. El riesgo y las eventuales consecuencias de su uso con propósitos diferentes al previsto será exclusiva responsabilidad del usuario.



Clorhidrato de Dopamina – Sustancia de Referencia Farmacopea Argentina