

布洛芬胶囊含量的高效液相色谱法测定

李成平,严小平,封其龙
(浙江树人大学 生物与环境学院,浙江 杭州 310015)

摘 要:建立了测定布洛芬含量的高效液相色谱法。选用 Agilent Eclipse XDB - C8 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), Lab Alliance C8 保护柱(4.6 mm × 10 mm), 流动相为甲醇:水 = 75:25, 流速 1.0 mL/min, 检测波长 220 nm, 进样量 20 μL, 柱温:室温。在 10.0 ~ 400 μg/mL 浓度范围内, 线性方程为 $A = 52.50 C + 50.79$, 相关系数 0.9999, 回收率 96.0% ~ 100.7%, RSD 0.65% ~ 1.32%。该方法简便、准确、快速, 可用于布洛芬的质量控制。

关键词:高效液相色谱;布洛芬;分析

中图分类号:O658 文献标识码:A 文章编号:1671 - 8798(2003)S0 - 0090 - 02

布洛芬(ibuprofen)[(R,S) - 2 - (-4 - 异丁基苯基) - 丙酸]是一种重要的非甾体消炎镇痛药物, 临床应用较广。文献[1 ~ 3]报道了布洛芬含量的测定, 流动相多用乙腈, 在中华人民共和国药典^[4]中布洛芬缓释胶囊含量的测定采用 HPLC 法, 流动相也为乙腈, 毒性较大, 价格昂贵。本文用高效液相色谱外标法以甲醇:水(75:25)为流动相直接测定其含量, 本法简便、快速、准确。适用于布洛芬缓释胶囊产品质量的控制分析。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

色谱纯布洛芬对照品(Fluka 公司), 布洛芬缓释胶囊(每片 0.3 g, 中美天津史克制药有限公司), 超纯水, 甲醇(HPLC 级, 天津四友生物医学技术有限公司), 磷酸(分析纯, 浙江建德化工厂)。

Agilent 1100 高效液相色谱仪(HP1100 系列四元泵, UV 检测器, HP1100 化学工作站), CQ - 250S 超声波清洗器(上海杰理科技有限公司), pHs - 4 型酸度计(杭州亚美电子仪器厂)。

1.2 标准溶液配制

用 0.2% 磷酸准确配制每 1 mL 含布洛芬 10 mg 的储备液, 然后用流动相逐步稀释至 0.1, 1.0, 10.0, 50.0, 100, 200, 300, 400 μg/mL 系列梯度标准溶液。

1.3 色谱条件

色谱分离柱 Agilent Eclipse XDB - C8 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 保护柱 Lab Alliance C8(4.6 mm × 10 mm); 流动相:甲醇:水 = 75:25(含 0.2% H₃PO₄ pH = 2.25), 流速 1.0 mL/min, 紫外检测波长 220 nm, 进样量 20 μL, 柱温:室温。样品色谱图见图 1。

2 结果与讨论

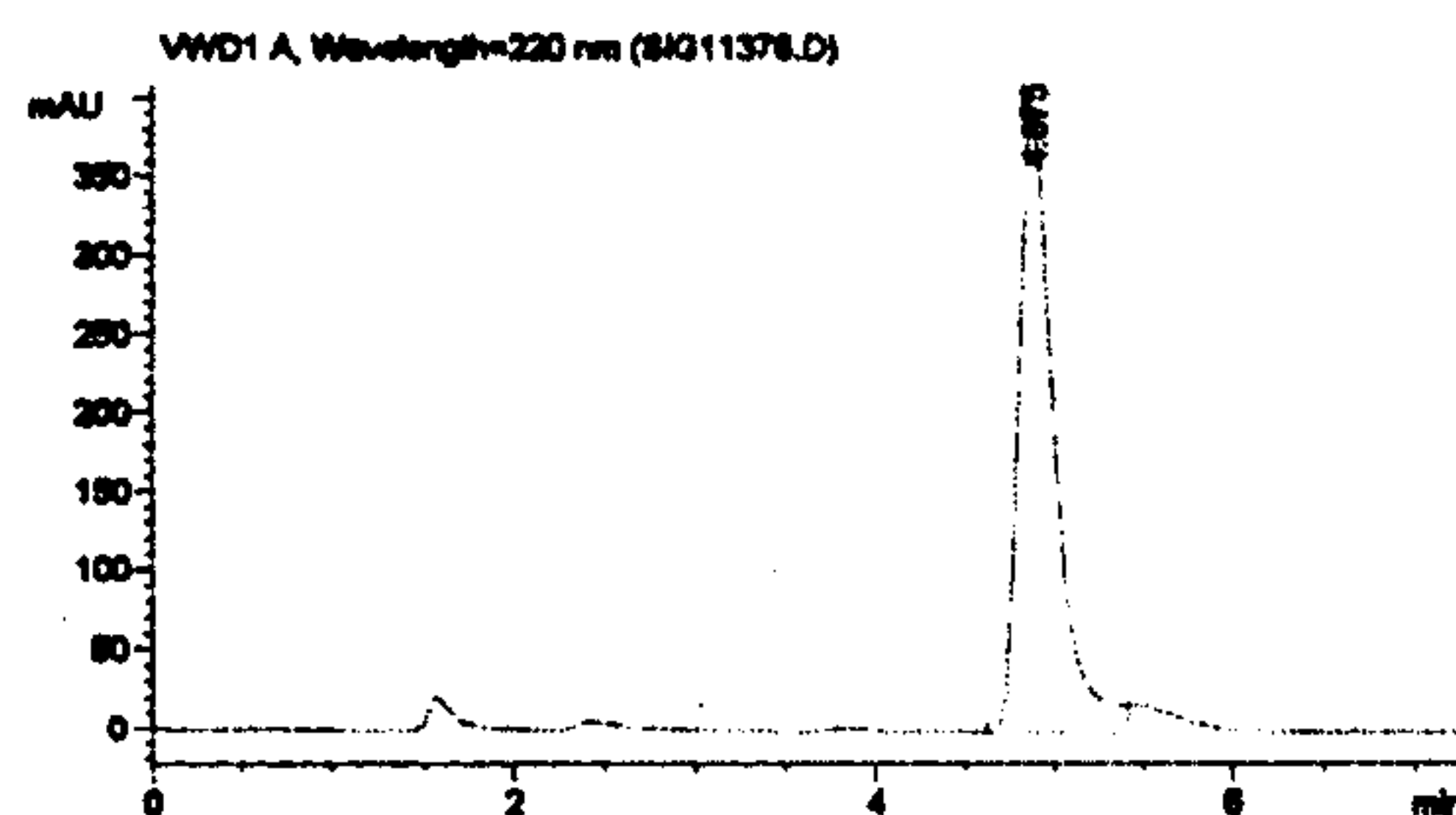


图 1 布洛芬样品 HPLC 色谱图

收稿日期:2003 - 09 - 30

作者简介:李成平(1963—),男,高级讲师,浙江杭州人,主要从事分析方法的教学与研究。封其龙(1982—),男,浙江树人大学生物与环境学院环境监测 2001 级学生。

2.1 pH 缓冲液对测定的影响

用 0.02 mol/L 的 NaOH 调节 0.2% H_3PO_4 为一系列的 pH, 实验结果表明随着 pH 的增加, 峰形逐渐变宽, 当 pH 在 2.0 ~ 2.5 的范围内, 峰形最佳, 但若酸性太强会影响色谱柱的使用寿命。故本文选用 pH 为 2.25 的 H_3PO_4 - NaOH 的缓冲溶液和甲醇以 75:25 的比例混合做流动相。

2.2 超声提取时间的选择

实验表明, 当超声提取时间少于 20 min 时, 随着超声提取时间的增加, 提取液中的布洛芬含量逐渐增加。当超声提取时间超过 20 min 后, 增加超声提取时间, 提取液中的布洛芬含量没有明显增加。这说明当超声提取时间超过 20 min 后, 布洛芬提取较完全, 因此, 超声提取时间选用 30 min。

2.3 辅料的影响

称取布洛芬胶囊, 置 50 mL 容量瓶中, 加流动相超声溶解 30 min。考虑到辅料在片剂中比例较大, 采取滤除辅料杂质, 然后进行色谱测定。结果表明, 辅料对布洛芬胶囊含量测定无影响。

2.4 线性关系

以峰面积对溶液浓度进行线性回归, 得方程为 $A = 52.50C + 50.79$, 相关系数为 0.999 9 ($n = 6$), 线性范围为 10.0 ~ 400 $\mu\text{g/mL}$ 。经 11 次空白试验求得标准偏差, 并用 3 倍的标准偏差除以工作曲线的斜率, 求得本方法的最低检出浓度为 $C_L = 3SD/K = 0.067 \mu\text{g/mL}$, 即最低检测限为 1.34 ng。

2.5 进样重现性试验

以同一份对照品溶液, 连续进样 5 次, 按上述色谱条件测定含量, 平均值 49.4 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 0.60%。

2.6 加标回收率试验

精密称取 3 份已知含量 (30.8 $\mu\text{g/mL}$) 的布洛芬样品 3 mg 各置于 100 mL 容量瓶中, 分别加入精密称量的布洛芬对照品 1.5, 3.0, 4.5 mg, 用流动相溶解后稀释至刻度。测得回收率为 96.0 ~ 100.7%, RSD 为 0.65% ~ 1.32%。

2.7 样品含量测定

取布洛芬胶囊 10 粒, 研匀。精密称取适量 (相当于布洛芬 5 mg) 置 100 mL 容量瓶中, 加流动相超声溶解, 过滤, 滤液作样品溶液。另取布洛芬对照品, 加流动相制成 50 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液作对照溶液, 按外标法定量计算其标示含量, 结果 (见表 1) 与中华人民共和国药典法^[4] 比较, 两种方法测定结果基本相符。

表 1 本法与药典法含量测定结果 ($n = 5$)

样 号	药典法/%	本法/%
1	100.8	101.5
2	98.6	99.9
3	101.2	100.6
4	102.0	101.7
5	99.6	98.3

3 结 语

实验表明, 用高效液相色谱法对布洛芬胶囊含量进行测定, 无需繁复的样品处理步骤, 在 10.0 ~ 400 $\mu\text{g/mL}$ 范围内, 线性良好 ($r = 0.999 9$)。回收率 96.0% ~ 100.7%, RSD 0.65% ~ 1.32%。本方法快速、简便、灵敏, 重现性好, 有利于更好地控制产品质量。

参考文献:

- [1] 卓 芝, 张 伟, 邬大玉, 等. HPLC 法测定布洛芬颗粒的含量[J]. 儿科药学杂志, 2003, 9(2): 42 - 43.
- [2] 吴琳华, 刘红梅, 孙考祥, 等. 布洛芬缓释胶囊的药代动力学研究[J]. 哈尔滨医科大学学报, 2002, 36(2): 144 - 146.
- [3] 赵春顺, 崔生淼, 向 柏, 等. 布洛伪麻软胶囊含量测定方法的研究[J]. 中国药学杂志, 2003, 38(8): 621 - 623.
- [4] 中华人民共和国药典委员会. 中国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 122.

(下转第 99 页)