

# 导数分光光度法测定布洛芬凝胶剂的含量

管爱华 徐兴亚<sup>1</sup>(扬州市药品检验所 扬州 225009; <sup>1</sup>扬州市皮肤病防治所 扬州 225009)

**摘要** 目的: 建立测定布洛芬凝胶剂含量的方法。方法: 用一阶导数分光光度法测定布洛芬凝胶剂的含量, 可以消除凝胶基质中其它凝胶剂的干扰, 结果: 准确, 重现性好。平均回收率 100.7%,  $RSD = 0.62\%$ 。结论: 采用一阶导数分光光度法测定布洛芬凝胶剂含量, 可清除基质对测量的影响, 方法简便, 结果准确。

**关键词** 布洛芬; 凝胶剂; 导数分光光度法; 含量测定

布洛芬 (IBF) 作为非甾体类抗炎药已广泛应用于临床, 除各种内服剂型外, 已有研究表明 IBF 可外用治疗局部炎症<sup>[1]</sup>。据文献报道<sup>[2]</sup> IBF 凝胶剂外用具有明显的抗炎镇痛作用。为服务临床, 我们研制了 IBF 凝胶剂的科研制剂, 并参照文献<sup>[3]</sup> 采用一阶导数分光光度法测定其含量, 消除了基质对测定的影响, 方法简便, 结果准确。其质控方法未见文献报道。

## 1 仪器与试剂

UV-265FW 型分光光度计 (日本岛津); IBF 对照品 (中国药品生物制品检定所); IBF 原料 (山东新华制药股份有限公司); IBF 凝胶剂 (扬州市皮防所); 乙醇 (分析纯, 上海振兴化工一厂); 辅料均为药用规格。

## 2 方法与结果

### 2.1 测定条件的选择

取  $P_2O_5$  减压干燥至恒重的 IBF 对照品适量, 精密称定, 用乙醇溶解并稀释制成  $250\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液, 摇匀, 即得 IBF 对照品溶液。另取按处方比例配制的空白凝胶剂适量, 加乙醇搅匀, 分次转移至 100ml 量瓶中, 加乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液 5ml 于 50ml 量瓶中, 加乙醇至刻度, 摇匀, 即得空白基质溶液。用乙醇作空白, 于 240~290nm 波长范围内分别绘制零阶和一阶导数光谱 ( $\Delta\lambda = 1\text{nm}$ ), 结果见图 1。由图 1 可见, 空白基质溶液 (凝胶基质如卡波姆等) 在 260~290nm 波长范围内有吸收但其一阶导数光谱在 260~290nm 波长

范围内近似一与零线重合的平行直线, 对 IBF 测定无干扰。因此, 以一阶导数光谱 269nm 和 273nm 的峰谷间振幅值作为定量信息测定 IBF 的含量。

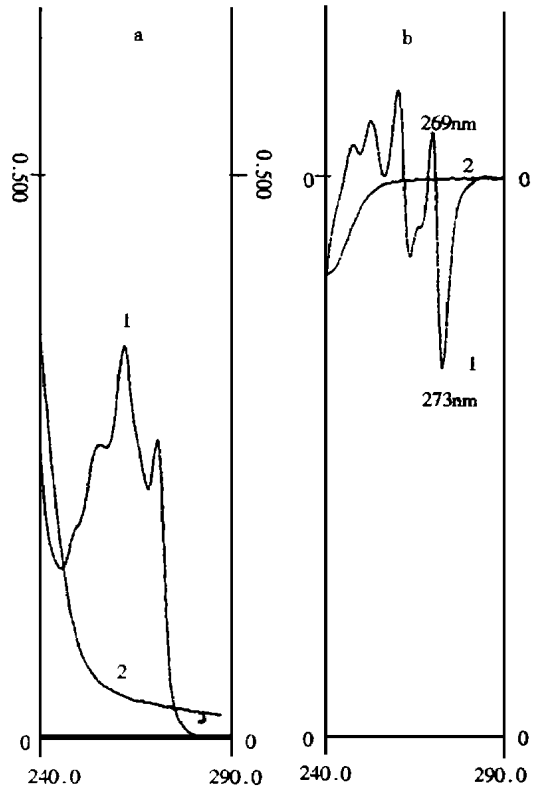


图 1 零阶导数和一阶导数光谱图

1. IBF 对照品溶液 a: 零阶导数光谱

2. 空白基质溶液 b: 一阶导数光谱

### 2.2 标准曲线的绘制

精密称定已恒重的 IBF 对照品适量, 用乙

醇溶解制成 2.5mg/ml 的溶液。精密吸取 0.50、0.75、1.00、1.25、1.50ml 于 10ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,于 240~290nm 波长范围内分别测定一阶导数光谱,量取 269nm 与 273nm 的峰谷间振幅值( $D$ )。以浓度( $C$ )为横座标,以( $D$ )值为纵座标,绘制标准曲线,得回归方程为:

$$C = 603.15D - 5.0822, r = 0.9999 (n = 5)$$

振幅( $D$ )值与浓度( $C$ )在 125~375 $\mu$ g/ml 范围内呈良好的线性关系。

### 2.3 重现性考察

取标准曲线项下某一浓度 IBF 溶液,每隔 30min 重复测定 1 次,2h 内振幅值及波长均未改变。

### 2.4 回收率试验

精密称定已恒重的 IBF 对照品适量,加到按处方比例配制的凝胶剂基质中,搅匀(含量约为 5%),照样品测定项下方法测定,将振幅( $D$ )值代入回归方程计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

| 序号 | 投入量<br>( $\mu$ g/ml) | 测得量<br>( $\mu$ g/ml) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | RSD<br>(%) |
|----|----------------------|----------------------|------------|--------------|------------|
| 1  | 232.23               | 234.97               | 101.18     |              |            |
| 2  | 232.88               | 233.76               | 100.38     |              |            |
| 3  | 239.55               | 241.61               | 100.86     | 100.70       | 0.619      |
| 4  | 240.34               | 240.39               | 100.02     |              |            |
| 5  | 241.32               | 245.22               | 101.62     |              |            |
| 6  | 246.01               | 246.43               | 100.17     |              |            |

### 2.5 样品测定

取样品适量(约相当于 IBF 250mg),精密称定,加乙醇溶解并分次转移至 100ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀。在 240~290nm 波长范围内测定一阶导数光谱,量取 269nm 与 273nm 峰谷间振幅( $D$ )值,由回归方程计算含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果( $n = 3$ )

| 样品 | 相当标示量(%) | RSD(%) |
|----|----------|--------|
| 1  | 100.64   | 0.12   |
| 2  | 99.59    | 0.23   |
| 3  | 101.55   | 0.29   |

## 3 讨论

3.1 布洛芬凝胶剂作为一种新剂型,其质控方法未见报道。本文采用一阶导数分光光度法测定 IBF 含量,消除了基质对测定的影响,方法简便,结果准确,重现性好。

3.2 本法稳定性较好,测定液于室温放置 24h 其一阶导数光谱基本不变;测定的温度条件宽容,10~30 $^{\circ}$ C 下其测定值基本不变。

3.3 样品测定中,加乙醇溶解分次转移时应仔细操作,定量转移,否则会影影响结果。

### 参考文献

- 田薇,王茂义,杨亚惠等. 促渗剂对布洛芬透度吸收速率的影响. 中国医药工业杂志, 1996, 27(4): 161
- 王格林,张晓文,林志彬等. 布洛芬凝胶剂的药理作用. 北京医科大学学报, 1995, 27(2): 95
- 何光明,施震,陈书新等. 双氯芬酸钠凝胶剂含量的分光光度测定. 中国医药工业杂志, 1996, 27(6): 272

(收稿: 1998-12-21)

## 原子吸收分光光度法测定桃花散中朱砂与石膏的含量

王 锦 高 锦 李 阳 刘 一群(沈阳军区后勤部药品检验所 沈阳 110026)

**摘要** 目的: 建立测定桃花散中朱砂、石膏的含量测定方法。方法: 湿法消解样品,采用原子吸收分光光度法测定汞和钙含量后换算。结果: 加样回收率为(99.8 $\pm$ 2.0)%和(99.6 $\pm$ 2.2)%。结论: 本法操作简便,结果准确精密。可用于桃花散的定量标准。

**关键词** 原子吸收分光光度法; 桃花散; 汞; 钙

## Assay of cinnabar and gypsum in taohua san ( cinnabaris, gypsum, ect. ) by atomic absorption spectrometry