

二阶导数分光光度法测定复方美沙芬布洛芬含量

赵庆华 姜自彬 唐宽晓¹ 赵 玉²(济南 250022 济南军区药检所;¹ 济南 250012 山东医科大学附属医院;² 济南军区 55251 部队)

摘要 目的:测定复方美沙芬布洛芬含量。方法:以甲醇为溶剂,采用二阶导数分光光度法,用峰-谷法测定,美沙芬、布洛芬的测定波长分别为 292.3nm、288.2nm 和 260.8nm、263.8nm。结果:美沙芬在 3.07~15.35 $\mu\text{g}/\text{ml}$,布洛芬在 39.88~199.40 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内呈线性关系,其平均回收率分别为 98.2% 和 98.7%,RSD 皆为 0.4%~0.7%。结论:本法快速、准确,适合于该制剂的含量测定。

关键词 美沙芬;布洛芬;二阶导数分光光度法

Determination of dextrometorphan hydrobromide and ibuprofen in compound capsules by the second derivative spectrophotometry

Zhao Qinghua (Zhao QH), Jiang Zibin (Jiang ZB), Tang Kuanxiao (Tang KX), *et al* (Institute for Drug Control of Jian Military Region, Jinan 250022)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determine the contents of dextromethorphan hydrobromide and ibuprofen in compound capsule. **METHODS:** A second derivative spectrophotometric method was used by peak-valley method for the determination of dextromethorphan hydrobromide and ibuprofen in the solvent of methanol. Their detection wavelengths were 292.3nm, 288.2nm and 260.8nm, 263.8nm, respectively. **RESULTS:** The linear ranges of dextromethorphan hydrobromide and ibuprofen were 3.07~15.35 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 39.88~199.40 $\mu\text{g}/\text{ml}$, and their mean recoveries were 98.2% and 98.7% with RSD

in the range of 0.4% ~ 0.7%. **CONCLUSION:** The method was rapid, accurate, and suitable for the analysis of this preparation.

KEY WORDS dextrometorphan hydrobromide, ibuprofen, second derivative spectrophotometry

氢溴酸右美沙芬 (dextrometorphan hydrobromide) 可抑制延髓咳嗽中枢, 具有镇咳作用; 布洛芬 (ibuprofen) 为常用的非甾体类药物, 具有消炎、解热、镇痛作用。二者可分别与多种药物组成复方制剂, 用于感冒的治疗, 对于其制剂中药物含量测定已有报道^[1-3]。但关于美沙芬与布洛芬组成的复方制剂, 国内尚未见报道。本文采用二阶导数分光光度法同时测定二者含量, 方法快速、简便, 结果准确。

1 仪器和试剂

1.1 仪器 UV-2100 型紫外分光光度计 (日本岛津)。

1.2 试剂 右美沙芬对照品与原料 (上海新亚制药有限公司); 布洛芬对照品与原料 (山东新华制药厂); 美沙芬布洛芬胶囊 (自制, 每粒含美沙芬 15mg、布洛芬 180mg); 甲醇为色谱纯。

2 方法与结果

2.1 导数光谱的绘制 称取一定量的美沙芬、布洛芬和辅料用甲醇配制成适宜浓度的溶液。在 200 ~ 320nm 波长范围内分别绘制零阶和二阶导数光谱, 见图 1, 2。

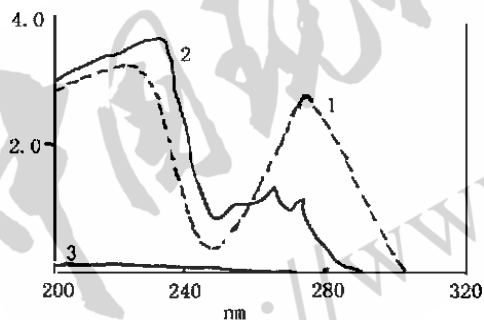


图 1 零阶导数光谱图

1 - 美沙芬; 2 - 布洛芬; 3 - 辅料

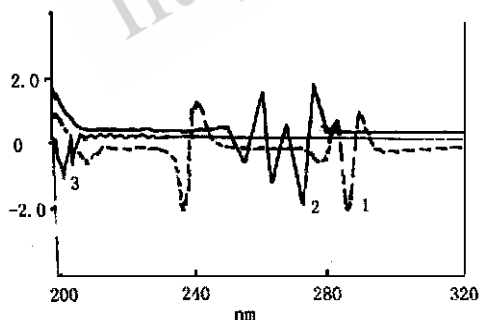


图 2 二阶导数光谱图

1 - 美沙芬; 2 - 布洛芬; 3 - 辅料

由图 2 可见, 在 292.3nm 和 288.2nm 处, 美沙芬的

二阶导数振幅的绝对值较大, 而辅料和布洛芬在此处的二阶导数振幅值基本为零, 故选择 292.3nm 和 288.2nm 作为美沙芬的测定波长, 同理, 选择 260.8nm 和 263.8nm 作为布洛芬的测定波长。

2.2 线性关系试验 精密称取一定量的美沙芬和布洛芬对照品, 用甲醇溶解并定容, 配制成约 0.3mg/ml、2.0mg/ml 的标准贮备液。精密吸取美沙芬标准贮备液 1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0ml 分别置于 100ml 量瓶中, 布洛芬标准贮备液 1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0ml 分别置于 50ml 量瓶中, 用甲醇稀释定容, 将上述溶液分别进行二阶导数光谱扫描, 在 292.3nm 和 288.2nm 处测定美沙芬的振幅值, 求出振幅值的绝对值之和 $|D_1|$, 在 260.8nm 和 263.8nm 处测定布洛芬的振幅值, 求出振幅值的绝对值之和 $|D_2|$ 。以 $|D_1|$ 对浓度 $C(\mu\text{g/ml})$ 作线性回归, 得回归方程为: $|D_1| = 5.57 \times 10^{-3} C_1 - 7.00 \times 10^{-3}$, $r = 0.9998$; $|D_2| = 1.64 \times 10^{-3} C_2 + 1.20 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$ 。

结果表明, 美沙芬在 3.07 ~ 15.35 $\mu\text{g/ml}$ 范围内, 布洛芬在 39.88 ~ 199.40 $\mu\text{g/ml}$ 范围内, 呈良好的线性关系。

2.3 精密度试验 分别称取一定量的美沙芬和布洛芬对照品, 用甲醇制成适宜浓度的溶液, 依 2.2 项下方法扫描求得 $|D_1|$ 值, 共测 6 次, 结果美沙芬 $RSD = 0.78\%$, 布洛芬 $RSD = 0.55\%$ 。

2.4 回收率试验 精密称取美沙芬约 17mg、布洛芬约 200mg, 按处方比例加入辅料, 混匀后置于 100ml 量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 过滤, 分别精密吸取续滤液 1、2 和 4ml 置于 50ml 量瓶中, 用甲醇定容, 制成 3 种浓度的溶液, 进行二阶导数光谱扫描, 在 292.3nm 和 288.2nm 处测定求出振幅值的绝对值之和 $|D_1|$, 在 260.8nm 和 263.8nm 处测定求出振幅值的绝对值之和 $|D_2|$, 计算回收率, 结果见表 1。

2.5 稳定性考察 取上述含美沙芬与布洛芬的溶液, 分别于 2、4、6 和 8h 测定其吸收度, 其吸收度数值基本不变。

2.6 样品测定 取复方美沙芬布洛芬胶囊, 按回收率项下方法测定美沙芬、布洛芬含量, 结果见表 2。

3 讨论

3.1 在选用溶剂时, 曾尝试过无水乙醇、分析纯甲醇, 但通过扫描、求二阶导数光谱发现, 用这两种试剂, 美

表 1 回收率试验结果/ $n = 6$

美沙芬				布洛芬			
加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	测得量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	回收率/ %	RSD/ %	加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	测得量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	回收率/ %	RSD/ %
3.36	3.30	98.2	0.7	39.6	39.0	98.5	0.7
6.72	6.59	98.1	0.4	79.2	78.2	98.7	0.4
10.08	9.91	98.3	0.5	118.8	117.5	98.9	0.6

表 2 样品测定结果/ $n = 5$

批号	美沙芬		布洛芬	
	含量/ %	RSD/ %	含量/ %	RSD/ %
990512	97.9	0.3	98.9	0.6
990520	98.5	0.3	99.0	0.4
990703	98.0	0.4	98.8	0.3

沙芬、布洛芬的导数光谱互相干扰,而选用色谱纯甲醇后,二者导数光谱的峰明显减少,可消去各自的干扰,直接测定它们的含量。

3.2 由于制剂中美沙芬相对比例较小,同时测定时其浓度小,吸收度数值也小,为了减少误差,提高测量准

确度,所以选用了峰-谷法。

参考文献

- 1 邵东.复方美沙芬的一阶导数分光光度法测定.中国医药工业杂志,1995,26(8):359.
- 2 唐树荣,黄榕珍,陈莺颖.卡尔曼滤波分光光度法测定美沙芬片中三组分的含量.中国药科大学学报,1996,27(5):319.
- 3 张小玲,邵青.布洛芬溶液经皮释药量的二阶导数分光光度法测定.中国医药工业杂志,1996,27(6):262.

收稿日期:1999-08-19