

布洛芬的测定

一. 样品描述:

白色粉末。

二. 样品来源记录

样品测定描述: 有关物质测定, 要求保留时间符合英国药典 (BP) 的 16 分钟正负 1 分钟。

方法一、液相方法条件

方法来源: 英国药典 (BP, 梯度程序有修改)。

具体方法:

色谱柱: Ultimate® AQ-C18, 4.6×250mm, 5 μ m;

检测波长: 214nm;

流动相: A: 乙腈: 水: 磷酸=340: 660: 0.5, B: 乙腈, %B=0 (0min), 25 (25min), 85 (55-70min);

温度: 40 度;

流速: 2.0ml/min;

进样量: 20 μ L。

流动相的配制:

准确量取乙腈 340mL, 水 660mL, 磷酸 0.5mL, 混合均匀后用微孔滤膜过滤作为流动相 A;

对照品处理方法:

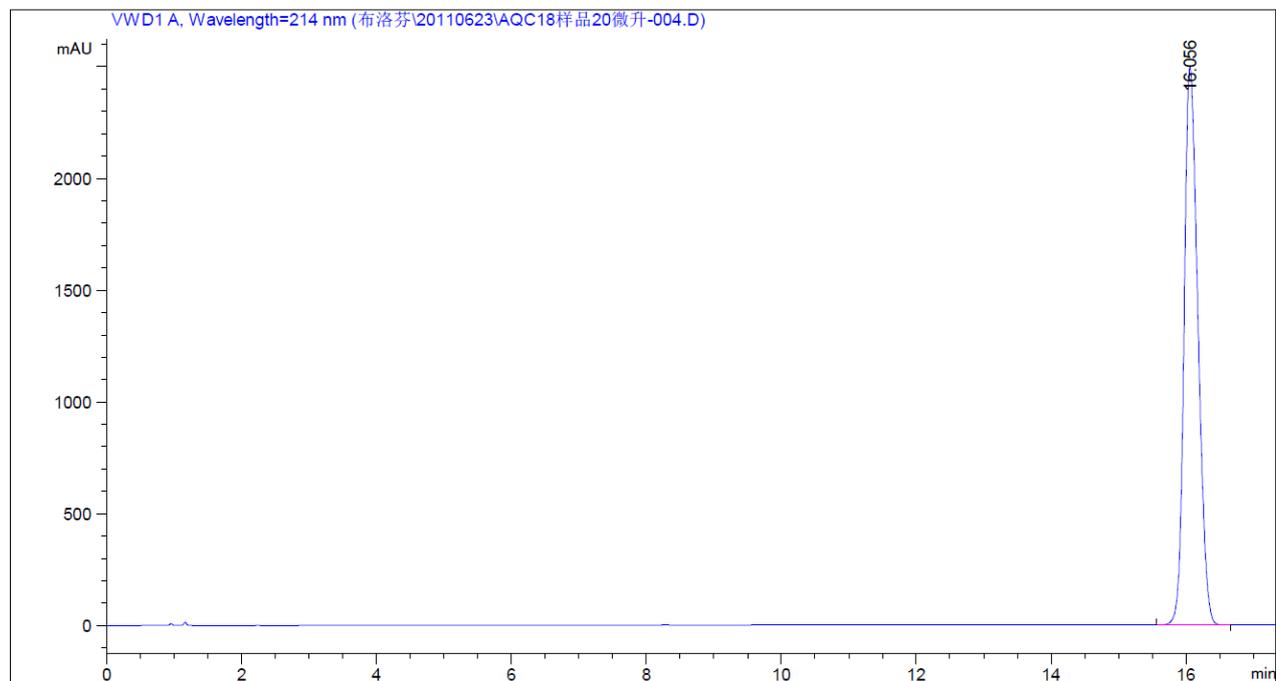
称取对照品 20mg, 加乙腈 2mL, 用流动相 A 稀释到 10mL;

样品处理方法:

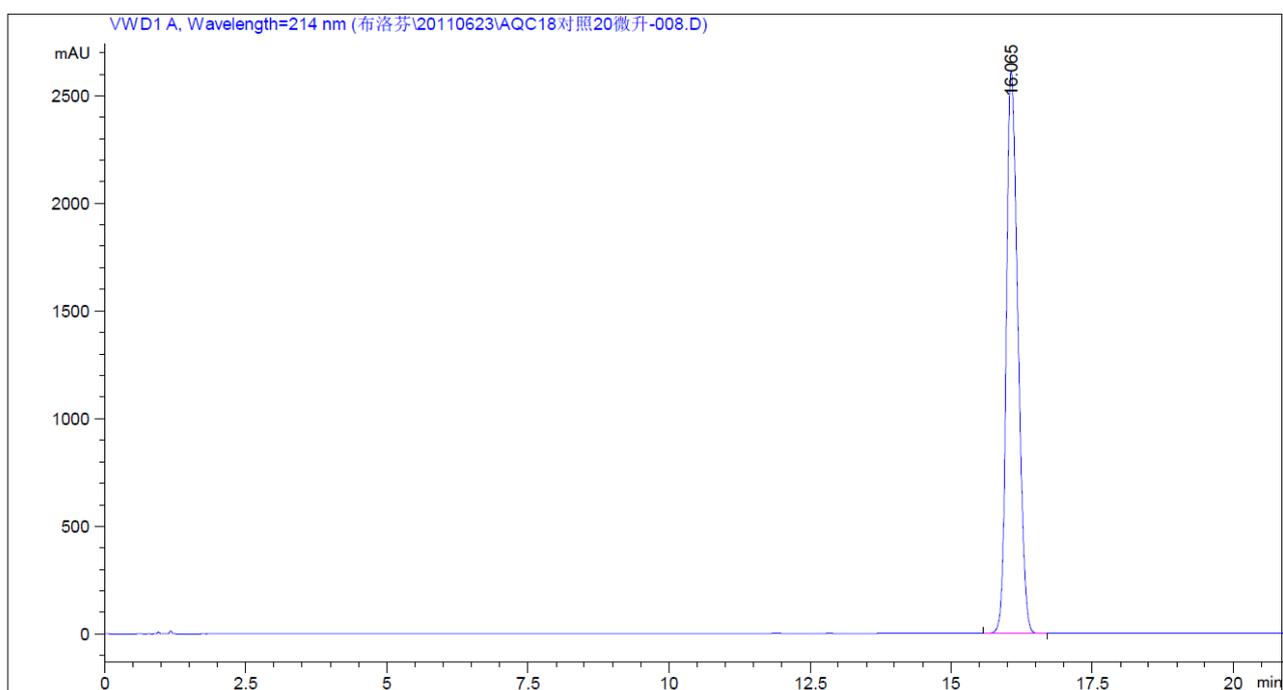
称取样品 20mg, 加乙腈 2mL, 用流动相 A 稀释到 10mL, 作为供试品溶液; 取样品溶液 1mL, 用流动相 A 稀释到 100mL, 取稀释后的溶液 1mL, 用流动相 A 稀释到 10mL, 作为自身对照溶液。

四. 谱图及数据

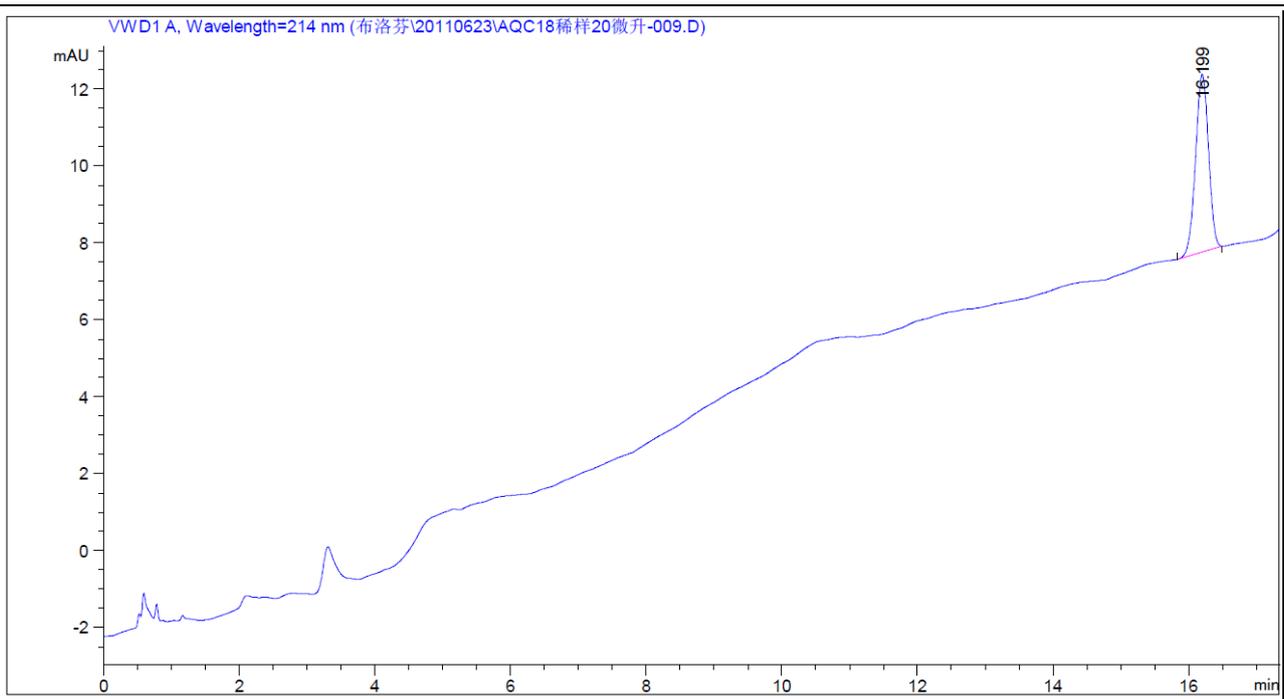
1. 样品溶液



2. 对照品溶液



3. 自身对照溶液



方法二、液相方法条件

方法来源：英国药典。

具体方法：

色谱柱：Ultimate® AQ-C18, 4.6×150mm, 5 μ m;

检测波长：214nm;

流动相：A: 乙腈: 水: 磷酸=390: 610: 0.5, B: 乙腈, %B=0(0-25min), 85(55-70min);

温度：40 度;

流速：2.0ml/min;

进样量：20 μ L。

流动相的配制：

准确量取乙腈 195mL, 水 305mL, 磷酸 0.25mL, 混合均匀后用微孔滤膜过滤作为流动相 A;

对照品处理方法：

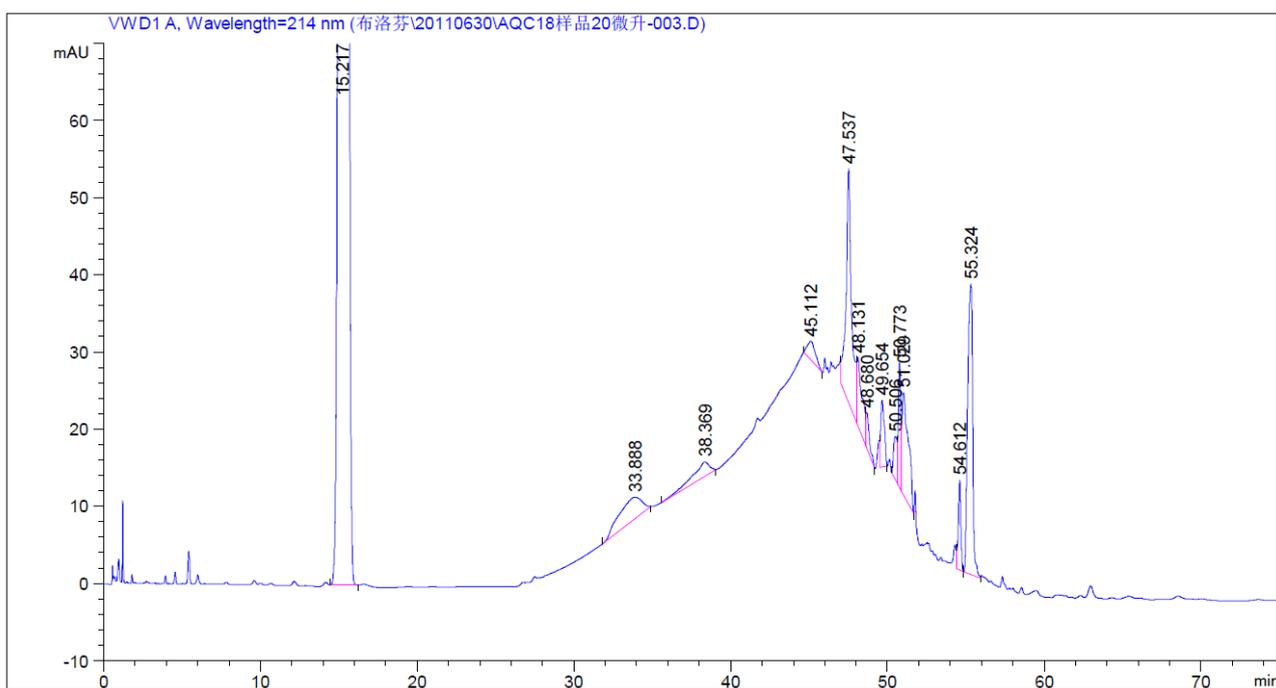
称取对照品 20mg, 加乙腈 2mL, 用流动相 A 稀释到 10mL;

样品处理方法：

称取样品 20mg，加乙腈 2mL，用流动相 A 稀释到 10mL，作为供试品溶液；取样品溶液 1mL，用流动相 A 稀释到 100mL，取稀释后的溶液 1mL，用流动相 A 稀释到 10mL，作为自身对照溶液。

四. 谱图及数据

1. 样品溶液



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
15.217	-	4.32256e4	1905.79626	0.62	0.3509	10416	-	-
33.888	-	308.24384	2.81327	2.46	1.7250	2138	10.57	2.23
38.369	-	144.43275	1.82110	3.27	1.0333	7639	1.91	1.13
45.112	-	87.64222	2.41677	0.67	0.6433	27243	4.73	1.18
47.537	-	748.62189	30.44291	0.89	0.2783	161598	3.09	1.05
48.131	-	208.89500	8.94376	0.25	0.2700	176025	1.27	1.01

保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
48.680	-	70.42720	4.60525	0.28	0.1958	342606	1.38	1.01
49.654	-	140.50438	8.68824	0.54	0.2867	166208	2.37	1.02
50.506	-	84.95423	5.56913	1.10	0.2684	196231	1.80	1.02
50.773	-	175.90019	16.22328	0.96	0.2078	330768	0.66	1.01
51.029	-	377.28305	13.19296	0.28	0.4645	66852	0.45	1.01
54.612	-	132.59142	11.64269	1.24	0.1689	579302	6.65	1.07
55.324	-	825.33490	37.63372	1.57	0.3700	123858	1.55	1.01