**布洛芬混悬液中苯甲酸钠、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯和羟苯丁酯含量测定方法**

**苯甲酸钠、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯和羟苯丁酯**

如使用苯甲酸钠、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯和羟苯丁酯作为抑菌剂，照高效液相色谱法（中国药典2020年版四部通则0512）测定。

稀释剂 流动相A-甲醇（80:20）。

**供试品溶液** 取本品，摇匀，精密称取本品适量（约相当于布洛芬10mg），置50ml量瓶中，加稀释剂溶解并定量稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

**对照品溶液** 根据样品处方中抑菌剂的添加量，选择对照品溶液（1）或对照品溶液（2）作为对照品溶液。

对照品溶液（1） 取苯甲酸钠、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯对照品适量，精密称定，加稀释剂溶解并定量稀释制成每1ml中约含苯甲酸钠30μg，山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯各10μg的溶液。

对照品溶液（2） 取苯甲酸钠、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯对照品适量，精密称定，加稀释剂溶解并定量稀释制成每1ml中约含苯甲酸钠5μg，羟苯甲酯3μg，山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯各2μg的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Agilent ZORBAX SB-C18，250mm×4.6mm，5μm）；以0.01mol/L醋酸铵溶液（用氨试液调pH值至8.0）为流动相A，甲醇为流动相B，按下表进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；检测波长为苯甲酸钠230nm，山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯254nm；柱温为30℃；进样体积10µl。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **时间（分钟）** | **流动相A （%）** | **流动相B （%）** |
| 0 | 82 | 18 |
| 15 | 32 | 68 |
| 22 | 32 | 68 |
| 24 | 10 | 90 |
| 29 | 10 | 90 |
| 30 | 82 | 18 |
| 35 | 82 | 18 |

**系统适用性要求** 对照品溶液（1）或对照品溶液（2）中，检测波长为230nm时，苯甲酸峰和山梨酸峰之间分离度应不小于1.5。

**测定法** 精密量取对照品溶液、供试品溶液，注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与苯甲酸、山梨酸、羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯、羟苯丁酯峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，均应为标示量的80.0%～120.0%。