

· 药物分析 ·

二阶导数光谱法测定复方水杨酸醇溶液中水杨酸的含量

符旭东 郑汉平 王志朝

(广州军区武汉总医院药局 武汉 430070)

复方水杨酸醇溶液是一种抗真菌药物,是由水杨酸、碘酊和苯酚等成分组成的复方制剂^[1],其主要成分水杨酸在紫外区受到其他成分的干扰,用常规分光法测定其含量较困难,制剂规范上对水杨酸也没有定量要求。本文用二阶导数法可不经分离直接测定水杨酸的含量,获得满意的结果。

一、仪器与试剂

日本岛津 UV-260 型紫外分光光度计;水杨酸、苯酚、碘酊、蓖麻油(均符合中国药典 1990 版规定)

二、实验方法

(一)吸收光谱的绘制

按处方比例,取一定量的水杨酸、碘酊、液化苯酚、蓖麻油和乙醇,以水为溶剂,分别配制各自溶液,在 260~320nm 范围内扫描绘制吸收光谱(见图 1)。从图 1 可知在此波长范围内,组分间相互干扰。

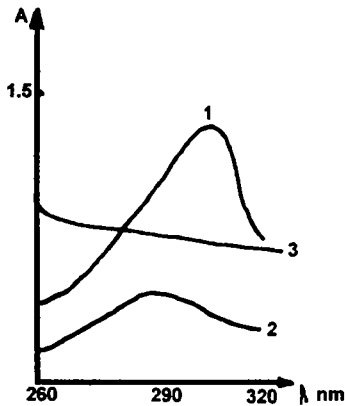


图 1 样品各组分吸收光谱图

1. 水杨酸 2. 苯酚 3. 其他成分

绘制二阶导数光谱(见图 2)发现在

312.8±0.2nm 处水杨酸有最大振幅 L,而苯酚和其他成份 L 值为 0。故选用 312.8±0.2nm 处的 L 值进行含量测定。

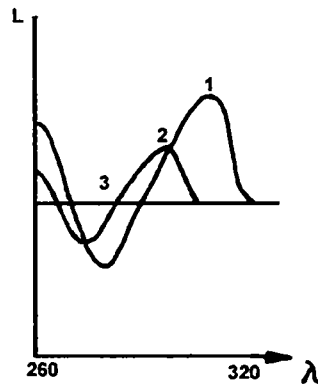


图 2 样品各组分二阶光谱图

1. 水杨酸 2. 苯酚 3. 其他成分

(二)测定方法

1. 标准曲线的制备

取在 105℃干燥至恒重的水杨酸 0.1g 置于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,再分别取 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml 置于 50ml 容量瓶中,配成含水杨酸 10μg、20μg、30μg、40μg、50μg 的溶液,在 312.8±0.2nm 处测定 L 值,结果表明水杨酸在 20μg~100μg 范围内 L 值与浓度之间线性关系良好。回归方程为 $C=727.070L+1.4548$ $r=1.0000$

2. 回收率测定

精取在 105℃干燥至恒重的水杨酸按处方比例配制,照标准曲线制备的方法测定,结果见表 1。

3. 样品含量测定

精密量取复方水杨酸醇溶液 2ml,置 50ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,用力摇匀。

再精密量取稀释液 1ml, 置 50ml 容量瓶中, 采用二阶导加水稀释至刻度, 摇匀。在 $312.8 \pm 0.2\text{nm}$ 处

表 1 复方水杨酸醇溶液回收率试验结果

编号	投入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均回收率	RSD
1	19.64	19.64	100.00%		
2	39.28	39.28	100.00%	99.75% \pm 0.35%	0.34%
3	98.20	97.47	99.26%		

数光谱测定振幅 L 值, 按回归方程计算含量。我们用此法测定了三批复方水杨酸醇溶液中水杨酸的含量, 分别为 98.62%, 99.83%, 99.50%, 均在合格范围内。

参考文献

[1]中国人民解放军部后勤部卫生部编. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 1991 年版. 北京: 人民军医出版社, 1991: 59

双波长分光光度法测定复方氯霉素洗剂含量

洪慧丰 李安华

(上海宝冶职工医院药剂科 上海 200941)

摘要 本文应用双波长分光光度法测定复方氯霉素洗剂中氯霉素和水杨酸的含量, 作者按方法学研究的要求进行了一系列实验, 证实本法操作简便, 无需分离, 结果准确, 平均回收率分别为 100.14%, 100.45%。

关键词 双波长分光光度法; 氯霉素; 水杨酸

复方氯霉素洗剂是一个以氯霉素、水杨酸为主要成份的外用洗剂, 具有止痒、杀菌、消炎作用, 用于脂溢性伴毛囊炎型皮炎。其中氯霉素的含量测定《中国医院制剂规范》^[1]采用亚硝酸钠法, 此法操作繁琐费时, 且终点不易掌握。如用紫外分光光度法, 由于水杨酸在紫外区有吸收, 干扰测定。为此作者采用双波长分光光度法^{[2][3]}, 不经分离直接测定氯霉素和水杨酸的含量, 获得了满意的结果。文献中未见用双波长法作此二者测定的报道。

一、仪器和药品

(一) 仪器 7520 型分光光度计(上海分析仪器厂)

(二) 药品 氯霉素、水杨酸、薄荷脑、甘油、乙醇均符合中国药典 1985 年版规定。

(三) 样品 氯霉素 10g, 水杨酸 20g, 薄荷脑 5g, 甘油 25ml, 乙醇 800ml, 蒸馏水加至

1000ml。

二、实验方法和结果

(一) 吸收光谱的绘制 按处方比例精密称取氯霉素 0.20g, 水杨酸 0.20g, 薄荷脑 50mg, 分别置 10ml 量瓶中, 用 80% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取各 1.0ml, 分别置 100ml 量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。精密量取各 2.0ml, 分别置 50ml 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 摇匀。以水为空白, 在 220nm~400nm 波长测定吸收度, 绘制各自的吸收光谱, 见附图。

(二) 测定波长点的选择 由图可知薄荷脑在紫外区无吸收。氯霉素在 278nm 处有最大吸收, 确定为测定波长。但水杨酸在此处有干扰吸收, 经作图和测试, 水杨酸在 278nm 的等吸收波长为 315nm, 故选用 λ_{278} 、 λ_{315} 为测定氯霉素的波长对。同法测知水杨酸在