

一阶导数光谱法测定复方苯甲酸软膏中水杨酸含量

李国锋* 陈业豪 霍启录 (第一军医大学南方医院药学部, 广州 510515)

摘要 应用一阶导数光谱法测定复方苯甲酸软膏中水杨酸的含量, 以307 nm为测定波长, 可排除基质及苯甲酸的干扰, 快速简便。平均回收率为99.96%, RSD为0.22%。

关键词 一阶导数光谱法 水杨酸 复方苯甲酸软膏

复方苯甲酸软膏是临床应用较广的一种复方制剂。其定量方法, 有关制剂手册中仅介绍了能测定总酸量的中和法^[1], 操作相当繁琐。我们采用一阶

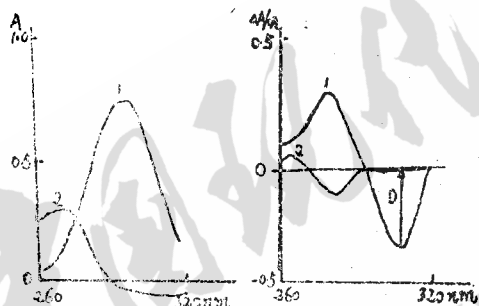
导数光谱法测定复方苯甲酸软膏中水杨酸的含量, 方法简便快速, 结果较准确。

1 方法与结果

* 李国锋, 男, 29岁。1984年毕业于上海第二军医大学药学院, 主管药师。

1.1 仪器与试药 日本岛津 UV-265FW型可见紫外分光光度计, 苯甲酸(镇江前进化工厂), 药用, 水杨酸(山东新华制药厂), 药用, 用稀乙醇重结晶数次, 于硫酸干燥器中干燥至恒重, 按中国药典(1990年版)法测得含量为99.94%, 作测定用对照品; 乙醇(广州化学试剂二厂), AR, 凡士林、羊毛脂均为药用规格, 复方苯甲酸软膏、注射用水为本科自制。

1.2 光谱绘制 取水杨酸适量, 精密称定, 少许乙醇溶解后, 用水稀释成25 $\mu\text{g/ml}$, 为对照液。另按处方Ⅰ^[1]配制未加水杨酸的软膏, 分次用水加热, 溶解提取, 用水稀释成适当倍数(同水杨酸对照液等比), 作为其它组份液。以水为空白, 绘制其零阶导数光谱和一阶导数光谱(见附图)。由图可见其它组份对水杨酸的紫外测定有较明显的干扰。水杨酸的一阶导数光谱在307 nm处呈波谷, 其它组份在水杨酸波谷波长范围内的一阶导数光谱与基线基本重叠。经12 h重测, 一阶导数光谱值较稳定。



1.3 一阶导数光谱参数 波长范围260—320 nm, $\Delta\lambda$ 为2 nm, 狭缝宽度为1 nm, 扫描速度中速。选择谷-零法, 以307 nm处的振幅D作为定量依据。

1.4 线性考察 取干燥至恒重的水杨酸约0.5 g, 精密称定, 少许乙醇溶解, 用水稀释成1000 $\mu\text{g/ml}$, 取此液1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 ml于100 ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 在260—320 nm波长范围内绘制一阶导数光谱, 以谷-零法测D值。求得回归方程为, $C = -171.52D - 3.6879$,

$r = 0.9999$, 线性范围10 $\mu\text{g/ml}$ —60 $\mu\text{g/ml}$ 。

1.5 回收率测定 称取干燥至恒重的水杨酸约0.5 g, 精密称定, 按处方比例精密加入其余各组分, 分次用水加热(70—75°C)提取, 放冷, 合并除未溶基质的溶液于250 ml容量瓶中, 用水稀释至刻度。过滤, 取续滤液1 ml于100 ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。依法测定D值, 按回归方程计算理论浓度。六次平均回收率为99.96%, RSD为0.22%。具体结果见表1。

表1 回收率测定结果

编号	投入量 (g)	测得量 (g)	回收率 (%)	X(%)	RSD (%)
1	0.5127	0.5132	100.1	99.96	0.22
2	0.5107	0.5091	99.68		
3	0.4988	0.4987	99.96		
4	0.5114	0.5103	99.78		
5	0.5024	0.5039	100.3		
6	0.5002	0.5001	99.98		

1.6 样品测定 称取复方苯甲酸软膏约8.3 g, 精密称定, 自“分次用水…”起, 按1.5方法测定D值, 计算出水杨酸的百分标示量。本文共检测了三批自制复方苯甲酸软膏中水杨酸的含量, 结果见表2。

表2 样品测定结果(n=4)

批次	相当标示量(%)	RSD(%)
1	102.1	0.14
2	101.7	0.21
3	98.56	0.18

参考文献

- 1 中国人民解放军总后勤部卫生部. 中国人民解放军药品制剂规范. 1985年版. 人民军医出版社. 1987, 127

收稿日期: 1993-12-17

Determination of Salicylic Acid in Benzoic Acid Co. by First
Derivative Spectrophotometry

Li Guofeng, Chen Yehao, Huo Qilu

(Nanfang Hospital of First Military University, Guangzhou 510515)

Abstract First derivative spectrophotometry method was employed to determine salicylic acid in benzoic co. with 307nm as the detection wavelength. The interference resulting from the base and benzoic acid was ruled out. The method was simple and quick. The average recovery was 99.96% while the variation coefficient was 0.22%.

Key words First derivative spectrophotometry Salicylic acid Benzoic acid co.