

紫外分光光度法测定复方水杨酸 醇溶液中水杨酸的含量

王雪明 (北京海军总医院, 北京 100037)

复方水杨酸醇溶液有抗真菌作用, 可用于皮肤癣症及其他真菌感染。其主要成分为水杨酸、苯酚、碘酊。制剂规范中无含量测定法, 本文尝试用紫外分光光度法直接测定水杨酸的含量, 取得较满意的结果。

1 仪器与试药

751-GW 型 分光光度计(上海分析仪器厂); 水杨酸、苯酚、碘、碘化钾、蓖麻油(均符合《中国药典》1990年版规定); 无水乙醇(分析纯); 5%碘酊、复方水杨酸醇溶液。

2 实验方法与结果

2.1 贮备液配制

水杨酸贮备液(500 $\mu\text{g}/\text{ml}$)精密称取 105°C 干

燥至恒重的水杨酸 50 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 用无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。

辅料成份贮备液 精密吸取 5% 碘酊 20 ml, 液化酚 1 ml, 蓖麻油 10 ml 置 100 ml 量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀。取此液 1 ml 置 100 ml 量瓶中, 加少量乙醇稀释后, 用 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 液将碘滴定至无色, 再加无水乙醇稀释至刻度, 摇匀。

2.2 实验条件的选择 按处方比例, 分别精密吸取一定量的水杨酸及辅料成份贮备液, 用无水乙醇稀释成适当的浓度。以无水乙醇为空白, 在 220~350 nm 波长范围内扫描, 绘制紫外吸收光谱图(图略)。由图可知: 水杨酸在 304 nm 处有最大吸收, 而辅料

在此波长处的吸收接近零,故选择304 nm 为水杨酸的测定波长。

2.3 标准曲线绘制 分别精密取水杨酸贮备液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml 置50 ml 容量瓶中,用无水乙醇分别稀释成5、10、15、20、25 ug/ml 的溶液,以无水乙醇为空白,在304 nm 波长处测溶液的吸光度,并以浓度对吸光度值作线性回归得回归方程: $C = 34.6433A + 0.3666$, $r = 0.9999$ 。结果表明:水杨酸在5~25 ug/ml 浓度范围内,浓度与吸光度呈良好的线性关系。

2.4 回收率试验

取干燥至恒重的水杨酸约25 mg 精密称定,置50 ml 量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。再精密吸取此液2 ml 置50 ml 量瓶中,加入辅料成份贮备液2 ml,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。在304 nm 波长处测得吸光度,代入回归方程,计算水杨酸的含量,见表1

2.5 样品测定

取复方水杨酸醇溶液3批。精密取样品液1 ml,置100 ml 量瓶中,用无水乙醇定容。再取此液2 ml 置50 ml 量瓶中,加适量乙醇稀释后,用0.1 mol/l $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 液将溶液滴定至无色,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。依法测定,按回归方程计算水杨酸的含量。三批样品标示量的百分含量分别为96.28%, 101.49%和98.15%。

表1 回收率试验结果

编号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	23.6	23.45	99.38		
2	22.8	22.17	97.25		
3	25.7	26.29	102.31	98.97	2.1
4	23.1	22.84	98.90		
5	22.7	22.03	97.05		

将样品在室温下放置1、2、4、6小时后测定,其吸光度值变化不大。

3 讨论

3.1 采用紫外分光光度法,可直接测定复方水杨酸醇溶液中水杨酸的含量。

3.2 水杨酸在220~350 nm 范围内有236 nm 和304 nm 两个吸收峰。在236 nm 处,辅料有较大的干扰吸收,而在304 nm 波长处,则干扰很小,故选择304 nm 作为测定波长。

参考文献

- 1 马剑文、韩永平、沈克温等,现代药品检验学,北京,人民军医出版社,1994
- 2 中国人民解放军医疗单位制剂规范,北京,人民军医出版社,1991年版