

紫外分光光度法测定复方硫酸铜溶液中水杨酸含量

夏 云 吴致华(上海 201900 上海市宝山中心医院)

摘要 目的:测定复方硫酸铜溶液中水杨酸的含量。方法:采用紫外分光光度法,检测波长为 $300 \pm 1\text{nm}$ 。结果:平均回收率为 99.25% ($RSD = 0.40\%$, $n = 4$),线性范围为 $5 \sim 50\mu\text{g/ml}$ ($r = 0.9999$)。结论:此方法简便、可靠,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 复方硫酸铜溶液;水杨酸;紫外分光光度法

Determination of salicylic acid in compound cupric sulphate solution by ultraviolet spectrophotometry

Xia Yun(Xia Y), Wu Zhihua(Wu ZH)(Shanghai Baoshan Centural Hospital, Shanghai 201900)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To determinate the quantity of salicylic acid in compound cupric sulphate solution.

METHOD: Ultraviolet spectrophotometry method was used and the maximum absorption wave length is $300 \pm 1\text{nm}$.

RESULTS: The average recovery was 99.25% ($RSD = 0.40\%$, $n = 4$), the linear range was $5 \sim 50\mu\text{g/ml}$ ($r = 0.9999$).

CONCLUSION: The method is simple and reliable, and can be used as one of the methods for the quality control.

复方硫酸铜溶液为我院自制外用制剂,处方(自拟)为硫酸铜 3.0g,水杨酸 55.0g,50%乙醇加至 1000ml。主要用于头癣、脚癣等,其中水杨酸含量测定用中和法^[1]。由于硫酸铜显微酸性,对测定结果有干扰,本文采用紫外分光光度法(下称紫外法)测定水杨酸含量,可避免硫酸铜的干扰,方法简便,结果准确,现介绍如下。

1 仪器与试剂

岛津 UV-160A 型紫外分光光度计;上海 752C 可见紫外分光光度计;水杨酸对照品(江苏前进化工厂);硫酸铜(广东金砂化工厂汕头,AR);无水乙醇(上海振兴化工一厂,AR)。

2 实验方法与结果

2.1 水杨酸标准液制备

取置硅胶干燥器中干燥至恒重的水杨酸对照品约 100mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀得水杨酸标准液。

2.2 测定波长选择

精密量取水杨酸标准液 1.0ml 置 50ml 量瓶中,加 50%乙醇液至刻度,摇匀。以 50%乙醇液做空白,在 200~400nm 波长范围内扫描,结果显示水杨酸在 300nm 处有最大吸收,与文献^[2]报道相同。同时,按处方量取其它成份,用 50%乙醇溶解,在 200~400nm 范围内扫描,结果显示这些成份在 300nm 波长处基本无吸收,因此,本文确定 $300 \pm 1\text{nm}$ 为测定波长。

2.3 水杨酸标准曲线的绘制

精密量取水杨酸标准液 0.25,0.5,1.0,1.5,2.0 和 2.5ml 分别置 50ml 量瓶中,加 50%乙醇至刻度,摇匀,在 $300 \pm 1\text{nm}$ 波长处分别测定吸收度为 0.133,0.265,0.521,0.773,1.022 和 1.268,结果表明:浓度在 5.0~50.0 $\mu\text{g/ml}$ 范围内,水杨酸吸收度(A)与浓度(c)呈良好的线性关系,其回归方程为: $A = 0.02521c + 0.0125$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。

2.4 稳定性实验

精密量取水杨酸标准溶液 1.0 和 2.0ml 分别置 50ml 量瓶中,加 50%乙醇液至刻度,摇匀,室温放置 1, 2,4,16 和 24h,分别测定吸收度,结果表明,24h 内水杨酸含量基本无变化,结果见表 1。

表 1 放置时间对吸收度的影响

时间(h)	20 $\mu\text{g/ml}$	40 $\mu\text{g/ml}$
0	0.519	1.020
1	0.520	1.021
2	0.518	1.024
4	0.517	1.022
16	0.517	1.022
24	0.518	1.022

2.5 回收率实验

取水杨酸约 100mg,精密称定。按处方加入其它成份,用 50%乙醇溶解,稀释至 100ml,精密量取 0.5,1.0, 1.5 和 2.0ml 分别置 50ml 量瓶中,加 50%乙醇液至刻度,摇匀,依法测定吸收度,计算水杨酸含量和回收率。平均回收率为 99.25%, $RSD = 0.40\%$,结果见表 2。

2.6 样品测定

取本院制剂室自制复方硫酸铜溶液样品 3 批,分

表 2 回收率实验结果

加入量(μg)	实测量(μg)	回收率(%)	$\bar{x} \pm RSD$
10.22	10.10	98.83	99.25 $\pm$ 0.40
20.43	20.29	99.31	
30.65	30.61	99.87	
40.86	40.44	98.97	

别精密吸取 2ml,置 100ml 量瓶中,加 50%乙醇稀释至刻度,再精密吸取 1ml,置 50ml 量瓶中,加 50%乙醇稀释至刻度,依法测定吸收度,将其代入回归方程,分别求出其浓度。结果与中和法进行比较,二法测定结果无显著差异(见表 3)。

表 3 复方硫酸铜溶液中水杨酸含量

批 号	紫外法(标示量%)	中和法(标示量%)
970905	101.26	102.60
971010	101.62	102.60
980619	96.93	97.21

3 讨 论

用中和法测定复方硫酸铜溶液中水杨酸含量,由于硫酸铜呈微酸性,因此需做空白对照以消除硫酸铜的干扰。采用紫外法,可直接消除硫酸铜的干扰,简便、快速、准确、重现性好,可用于基层单位对本品中水杨酸含量的快速测定。

参考文献

1 王淑凡,张淑秀编写.医院药剂分析.1982:71.
2 陈冠芬,王霁隐.薄层色谱——紫外分光光度法测定速效、止痒露中水杨酸的含量.中国医院药学杂志,1994,14(6): 271.