

系数倍率法测定复方间苯二酚涂料中二组份的含量

洪慧丰, 李安华(上海中冶集团职工医院药剂科, 上海 200941)

摘要:目的 不经分离直接测定复方间苯二酚涂料中间苯二酚(R)和苯酚(P)的含量。方法 采用系数倍率法,选择测定的波长为 274nm 和 270nm。结果 二组份相关系数分别为 $r=0.9999$ 、 $r=0.9990$,平均回收率为 100.1%和 99.7%,RSD 为 0.7%和 0.6%。结论 该方法可靠、简便、准确。

关键词:系数倍率法;复方间苯二酚涂料;间苯二酚;苯酚

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1007-7693(2003)01-0063-02

Determination of two constituents in compound resorcinol Paint by coefficient multiplying ratio spectrophotometry

HONG Hui-feng, LI An-hua(Shanghai Zhong-Ye Group Worker's Hospital, Shanghai 200941, China)

ABSTRACT:OBJECTIVE To determine resorcinol and phenol in compound resorcinol Paint without isolation. **METHOD** It was assayed by coefficient multiplying ratio spectrophotometry. The detective wavelength were 274 nm and 270 nm. **RESULTS** The correlation coefficients of two constituents were 0.9999 and 0.9990. The average recovery were 100.1% (RSD=0.7%) and 99.7% (RSD=0.6%). **CONCLUSION** This method was reliable, simple and accurate.

KEY WORDS:coefficient multiplying ratio spectrophotometry; compound resorcinol paint; resorcinol; phenol

复方间苯二酚涂料为上海市医院制剂^[1],处方:每 1000 mL 含间苯二酚(简称 R)100g,苯酚(简称 P)20g,丙酮 50 mL,乙醇 100 mL,纯化水适量。主要作用是制霉、杀菌。可用于浅部霉菌病。其含量测定按《上海市医院制剂手册》采用溴量法,仅能测出间苯二酚和苯酚总量,而且操作比较繁琐。本实验参照有关文献^[2]应用系数倍率法的原理,研究出不经分离直接测定间苯二酚和苯酚各自的含量,结果令人满意,且方法简便。

1 仪器和试剂

7520 型分光光度计(上海分析仪器厂)。间苯二酚(AR)(江苏乐沙制药厂);苯酚(AR)(宜兴市第二化学试剂厂);丙酮(上海试剂四厂);乙醇(上海康裕化学试剂有限公司);复方间苯二酚涂料 3 批样品由本院制剂室提供。

2 实验条件和结果

2.1 波长的选择

参照处方比例分别精密称取间苯二酚和苯酚,用纯化水分别制成 50 μ g/mL 和 10 μ g/mL 的溶液,分别精密吸取丙酮和乙醇,用纯化水分别制成 20 μ g/mL 和 40 μ g/mL 的溶液,在 220~400nm 扫描,得各组分的吸收光谱。见图 1 从吸收光谱图可知:辅助溶媒丙酮和乙醇在紫外区无吸收,间苯二酚和苯酚分别在 274nm 和 270nm 处有最大吸收,根据系数倍率法选择波长的原则,选取 274nm 及 270nm 为测试波长。

2.2 K 值的测定

取间苯二酚和苯酚分别制成 10~50 μ g/mL 和 2~10 μ g/mL 不同浓度的溶液各 5 份,依法用分光光度计在 λ_1

(274nm)及 λ_2 (270nm)波长处测定吸收度 A_{274R} 、 A_{270R} 、 A_{274P} 、 A_{270P} ,按倍率系数 $K_p = A_{2P}/A_{1P}$ 、 $K_R = A_{1R}/A_{2R}$,计算 K 值。结果平均值 $K_R=1.111$ 、 $K_P=1.201$ 。

2.3 标准曲线的绘制

模拟处方精密称取间苯二酚和苯酚,加纯化水稀释至刻度,摇匀,制成混合溶液。精密吸取混合溶液 1 mL 置 100 mL 量瓶中,加纯化水稀释至刻度,摇匀,制成稀释液,精密吸取稀释液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置 100 mL 量瓶中,加纯化水至刻度,摇匀。在 λ_1 及 λ_2 波长处测定吸收度 A_1 、 A_2 ,令 $\Delta A_R = K_p \times A_{1R} - A_{2R}$ 、 $\Delta A_P = K_R \times A_{2P} - A_{1P}$,求出 ΔA_R 、 ΔA_P ,可得浓度 C 与 ΔA 的回归方程: $\Delta A_R = 0.005356C + 0.00430$ $r=0.9999$; $\Delta A_P = 0.002659C + 0.005332$ $r=0.9990$,结果见表 1。

表 1 回归方程的确定

Tab 1 definition of regression equation

编号	样品 (μ g/mL)		A		ΔA	
	间苯二酚	苯酚	A_{274}	A_{270}	ΔA_R	ΔA_P
1	10	2	0.225	0.212	0.0582	0.01053
2	20	4	0.416	0.389	0.1106	0.01618
3	30	6	0.609	0.567	0.1644	0.02094
4	40	8	0.815	0.758	0.2208	0.02714
5	50	10	0.995	0.924	0.2709	0.03164

2.4 回收率试验

模拟处方精密配制复方间苯二酚涂料 5 批,精密吸取各 2 mL 分别置 100 mL 量瓶中,纯化水稀释至刻度,摇匀。再精密吸取稀释液各 2 mL 分别置 100 mL 量瓶中,纯化水稀释至刻度,摇匀。分别在 λ_1 及 λ_2 波长处测定吸收度,代入回归方

程计算间苯二酚和苯酚的含量,测定结果见表 2

表 2 回收率试验结果

Tab 2 results of recovery tests									
编 号	间苯二酚 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		平均回收率 RSD		苯酚 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		平均回收率 RSD		
	投入量	测得量	(%)	(%)	投入量	测得量	(%)	(%)	(%)
1	40.15	40.35			8.01	7.93			
2	40.08	39.73			8.40	8.34			
3	40.16	40.28	100.1	0.7	8.08	8.10	99.7	0.6	
4	40.24	40.10			8.18	8.22			
5	40.07	40.39			8.30	8.26			

2.5 重复性试验

精密取同一样品 5 份,按照回收率试验方法操作,结果间苯二酚平均含量 $40.62\mu\text{g}/\text{mL}$,RSD 为 0.5%;苯酚平均含量 $8.06\mu\text{g}/\text{mL}$,RSD 为 0.8%。

2.6 专属性试验

精密配制浓度为 $40.07\mu\text{g}/\text{mL}$ 间苯二酚样品溶液二份,分别加入不同量苯酚,按照回收率试验方法操作,结果表明苯酚量的改变对间苯二酚的测定几无干扰;精密配制浓度为 $8.30\mu\text{g}/\text{mL}$ 苯酚样品溶液二份,分别加入不同量间苯二酚,同法操作,结果表明间苯二酚量的改变对苯酚的测定几无干扰,见表 3。

表 3 专属性试验

Tab 3 speciality tests					
加入量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		检出量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		加入量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	
苯酚	间苯二酚	间苯二酚	间苯二酚	苯酚	苯酚
6.0	40.07	40.28	20.10	8.30	8.36
10.0	40.07	40.32	50.05	8.30	8.34

3 样品的测定

精密吸取样品 2 mL 置 100 mL 量瓶中,照回收率实验项下方法测定,代入回归方程,计算各自含量,再计算标示量,结果见表 4。本法测定的结果与上海市医院制剂手册方法测定的结果相近,结果见表 5。

表 4 样品的测定结果

Tab 4 determination results of sample				
批号	检出量($\mu\text{g}/\text{mL}$)		标示量(%)	
	间苯二酚	苯酚	间苯二酚	苯酚
20000529	40.58	8.02	101.5	100.3
20000608	40.26	7.98	100.9	99.8
20000616	40.40	8.05	102.0	101.2

表 5 样品的测定结果比较(标示量 %)

Tab 5 comparison of determination results of samples (prescribed amount %)				
批号	地方标准法		本法	
	酚总量 % (g/mL)	标示量 %	酚总量 % (g/mL)	标示量 %
20000529	12.14	101.2	12.15	101.2
20000608	11.98	99.9	12.06	100.5
20000616	12.06	100.5	12.11	100.9

4 讨论

4.1 复方间苯二酚涂剂为各地医院常用的一个皮肤科制剂。其主药间苯二酚和苯酚结构极为相近,前者只是在苯环上多了一个酚羟基,用一般方法实难分别测定其含量。各地制剂手册均采用溴量法测定二组分的总量,操作繁琐实用意义受到限制。本实验研究用系数倍率法的原理不经分离直接同时测定二组份,操作简便,结果可靠,有一定的实用性,未见文献有此报道。

4.2 系数倍率法是分光光度法应用的一个进展,近年来在复方药物制剂的分析中,有不多的报道,且一般只是排除某个组分甲的干扰做另一个组分乙的含量测定。本实验研究经一次操作在排除甲的干扰测定乙的同时,又排除乙的干扰测定甲,有一定的先进性和科学性。

4.3 本涂剂中加有辅助溶媒丙酮、乙醇。考虑到二者为结构简单的有机物,一般并无多大的吸收,又考虑到操作中经多次稀释,含量甚微。我们的实验已证实所选波长范围内并无吸收。这一思路也可考虑在其他复方制剂的分析中推广应用。

4.4 因二组分的结构极为相似,本法所选用的两波长很近,加之苯酚的吸收度较小,因此更须对仪器精确定位,定时校正。

参考文献

[1] 章国钧,丘在峰,边友珍.上海市医院制剂手册.第三版[M].上海:上海科学技术出版社,1995:178.
[2] 刘来金.系数倍率法测定地塞米松滴眼液的含量[J].中国医院药学杂志,1996,16(9):410.

收稿日期:2001-06-13