

双波长倍率系数法和一阶导数光谱法测定复方苯甲酸酐的含量

顾伟鹰,张和平,黄伟芬(上海市第七人民医院,上海 200137)

摘要 目的:建立复方苯甲酸酐中苯甲酸和水杨酸的含量测定方法。**方法:**采用倍率系数法于 (272 ± 1) nm 和 (301 ± 1) nm 波长处直接测定苯甲酸含量;采用一阶导数光谱法于 (318 ± 1) nm 波长处直接测定水杨酸的含量。**结果:**苯甲酸:在 $19.34 \sim 27.08 \mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r = 0.9999$,平均回收率 99.4%,*RSD* 为 0.80%。水杨酸:在 $24.48 \sim 34.27 \mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内,线性关系良好,相关系数 $r = 0.9999$,平均回收率 99.6%,*RSD* 为 0.49%。**结论:**本方法简便、快速、准确。

关键词 双波长倍率系数法;一阶导数光谱法;复方苯甲酸酐;苯甲酸;水杨酸;含量测定

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2004)05-0276-02

Determination of compound benzoic acid tincture by dual-wavelength ratio coefficient spectrometry and first derivative spectrometry

GU Wei-ying, ZHANG He-ping, HUANG Wei-fen (The Seventh People's Hospital of Shanghai, Shanghai 200137, China)

ABSTRACT Objective: To establish a quantitative analysis method for benzoic acid and salicylic acid in compound benzoic acid tincture. **Methods:** The benzoic acid was determined directly at 272 and 301 nm by dual-wavelength ratio coefficient spectrometry. The salicylic acid was determined directly at 318 nm by first derivative spectrometry. **Results:** The calibration curve of benzoic acid was linear in the range from 19.34 to 27.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ with $r = 0.9999$, the average recovery and relative standard deviation were 99.4% and 0.80% respectively. The calibration curve of salicylic acid was linear in the range from 24.48 to 34.27 $\mu\text{g}/\text{mL}$ with $r = 0.9999$, the average recovery and *RSD* were 99.6% and 0.49% respectively. **Conclusion:** The method is simple, rapid and accurate.

KEY WORDS dual-wavelength ratio coefficient spectrometry; first derivative spectrometry; compound benzoic acid tincture; benzoic acid; salicylic acid; determination of content

复方苯甲酸酐为医院临床常用的外用标准制剂,收载于《中国医院制剂规范》^[1]第2版,但对其主要成分苯甲酸和水杨酸仅作总酸量的测定。笔者采用双波长倍率系数法和一阶导数光谱法分别测定苯甲酸和水杨酸的含量,方法简便,结果准确。

1 仪器与试剂

日本岛津 2450 型紫外分光光度计;苯甲酸(厦门市东风制药厂,批号 001103);水杨酸(厦门市东风制药厂,批号 020910);复方苯甲酸酐(本院自制,批号 030604 030806 030916);乙醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 吸收光谱的绘制 精称干燥至恒重的苯甲酸 0.12g,加乙醇使溶解,并定量稀释成浓度为 $48 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。另精称干燥至恒重的水杨酸 0.06g,加乙醇使溶解,并定量稀释成浓度为 $24 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。以乙醇为空白,于 200~400 nm 波长范围内对上

述两种溶液分别进行扫描,见图 1;并绘制一阶导数光谱图,见图 2。从图 1 中可见苯甲酸在 (272 ± 1) nm、水杨酸在 (301 ± 1) nm 波长处有最大吸收,可用双波长倍率系数法测定苯甲酸含量;从图 2 中可见水杨酸可用一阶导数光谱法消除苯甲酸的干扰而测定其含量。

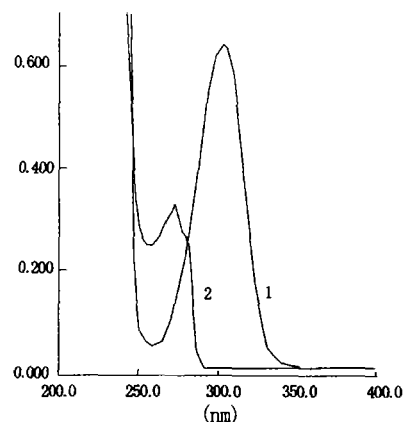


图 1 水杨酸和苯甲酸紫外吸收光谱图
1 - 水杨酸;2 - 苯甲酸

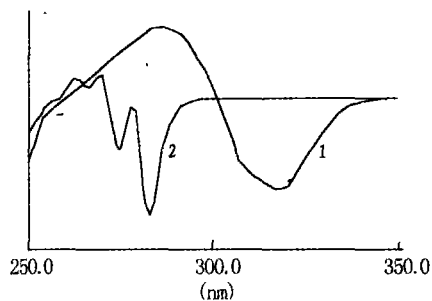


图 2 水杨酸和苯甲酸一阶导数光谱图

1 - 水杨酸; 2 - 苯甲酸

2.2 水杨酸 K 值的计算 精称水杨酸适量, 加乙醇使溶解, 并稀释成含水杨酸 600 μg/mL 的溶液。再精密吸取 1.0、1.1、1.2、1.3 mL 分别置 25 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。以乙醇为空白, 分别于 (301 ± 1) nm 和 (272 ± 1) nm 波长处测定吸收值 A, 计算 K 值。K = A₃₀₁ / A₂₇₂, 得 K = 5.01, RSD = 0.48%。故苯甲酸的 ΔA = 5.01A₃₀₁ - A₂₇₂。

2.3 苯甲酸标准曲线的制备 精称苯甲酸 0.120 9g, 按处方比例加入水杨酸, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成含苯甲酸 483.6 μg/mL 的溶液。再精密吸取 1.0、1.1、1.2、1.3、1.4 mL 分别置 25 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。以乙醇为空白, 分别于 (301 ± 1) nm 和 (272 ± 1) nm 波长处, 测定吸收值 A, 计算出 ΔA, 绘制相对吸收度 (ΔA) 对浓度 (C) 的标准曲线, 求得回归方程为 ΔA = 0.05985C - 0.0497, r = 0.999 9。结果表明, 苯甲酸在 19.34 ~ 27.08 μg/mL 范围内, 相对吸收度 ΔA 与浓度 C 线性关系良好。

2.4 苯甲酸回收率试验 按处方量配比, 准确配制一定量的复方苯甲酸酊。按上述方法测定吸收值, 计算出 ΔA, 代入回归方程, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.42%, RSD 为 0.80%, 见表 1。

表 1 苯甲酸回收率试验结果 (n = 5)

投入量 (μg/mL)	测得量 (μg/mL)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
19.52	19.43	99.5		
20.17	20.31	100.7		
21.35	21.12	98.9	99.42	0.80
23.86	23.53	98.6		
25.64	25.49	99.4		

2.5 水杨酸标准曲线的制备 精称水杨酸 0.061 2g, 按处方比例加入苯甲酸, 加乙醇使溶解, 并定量稀释成含水杨酸 612 μg/mL 的溶液。再精吸 1.0、1.1、1.2、1.3、1.4 mL, 分别置 25 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。以乙醇为空白, 分别于 318 nm 波长处用一阶导数光谱法测定 D 值, 绘制 D 值对浓度 C 的

标准曲线, 求得回归方程为 D = 0.001 691 9C - 0.010 56, r = 0.999 9, 结果表明, 水杨酸在 24.48 ~ 34.27 μg/mL 浓度范围内, D 值与浓度 C 线性关系良好。

2.6 水杨酸回收率试验 按处方量配比, 准确配制一定量的复方苯甲酸酊。按上述方法测定 D 值, 代入回归方程, 计算回收率, 结果平均回收率为 99.6%, RSD 为 0.49%, 见表 2。

表 2 水杨酸回收率试验结果 (n = 5)

投入量 (μg/mL)	测得量 (μg/mL)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
24.48	24.45	99.9		
27.42	27.40	99.9		
29.38	29.35	99.9	99.6	0.49
30.36	30.18	99.4		
34.27	33.84	98.8		

2.7 重现性和稳定性试验 取标准曲线制备项下的苯甲酸溶液 (27.08 μg/mL) 及水杨酸溶液 (34.27 μg/mL), 分别于 301、272 及 318 nm 波长处测定吸收值 A 及 D 值, 计算 ΔA。连续测定 5 次, RSD 分别为 0.19% 和 0.15%。两种溶液分别于室温下 0、6、12 h 测定, RSD 分别为 0.25% 和 0.28%。

2.8 样品测定 精密吸取样品液 1 mL, 置 100 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀, 备用。苯甲酸: 精密吸取备用液 1.8 mL, 置 100 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀, 以乙醇为空白, 于 301 nm 和 272 nm 波长处测定吸收值, 计算出 ΔA, 代入回归方程, 即可计算出浓度。水杨酸: 精密吸取备用液 1.2 mL, 置 25 mL 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀, 以乙醇为空白, 于 318 nm 波长处用一阶导数光谱法测定 D 值, 代入回归方程, 即可计算出浓度。结果见表 3。

表 3 样品测定结果

批号	苯甲酸		水杨酸	
	含量 (μg/mL)	占标示量 (%)	含量 (μg/mL)	占标示量 (%)
030604	21.34	98.8	28.89	100.3
030806	20.80	96.3	27.42	95.2
030916	22.14	102.5	29.26	101.6

3 讨论

复方苯甲酸酊为临床治疗真菌的常用药物。实验表明, 一阶导数光谱法可消除苯甲酸对水杨酸的干扰, 直接测定水杨酸的含量。苯甲酸可用双波长倍率系数法测定其含量。结果证明, 两种方法回收率、重现性均良好, 含量测定准确, 方法简单易行, 适用于医院制剂的快速检验。

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂手册 [M]. 第 2 版. 北京: 中国医药科技出版社, 1995: 77.

收稿日期: 2003 - 12 - 16