

表3 尼美舒利片含量测定结果

批号	标示量(%)
951105	99.2
960112	98.5
960313	101.3
960405	102.5

2. 由于尼美舒利在乙醇中紫外吸收光

谱有漂移。测定值不稳定,在乙醇中加入3%的0.1mol/L HCl可消除漂移,测定值至少24h内稳定。

参考文献

- [1] 汤文路. 新型消炎药—尼美舒利. 中国药理学通报, 1996;12(1):86
 [2] 裘军, 陈邦银, 张进芳, 等. 国产尼美舒利药效学研究. 中国药理学通报, 1993;9(6):468

转换曲线分光光度法测定止痒酊中水杨酸和苯酚的含量

冯志祥 李 记 郭 军

(解放军第153医院药剂科 郑州 450065)

摘要 采用转换曲线分光光度法,根据吸收度的加和性同时测定了止痒酊中水杨酸和苯酚的含量,测定波长范围为255~270nm。本方法简便,结果可靠。

关键词 转换曲线分光光度法;水杨酸;苯酚;止痒酊

Determination of salicylic acid and phenol in tinctura antipruritic by turnover curve spectrophotometry

Feng Zhixiang Li Ji Guo Jun

(Pharmacy Department, No. 153 Hospital of PLA Zhengzhou 450065)

ABSTRACT Based on the additivity of absorbances, a turnover curve spectrophotometry was used for the determination of salicylic acid and phenol in tinctura antipruritic in the range of wavelengths from 255nm to 265nm. The method was simple and reliable.

KEY WORDS turnover curve spectrophotometry, salicylic acid, phenol, tinctura antipruritic

止痒酊主要成分为水杨酸和苯酚^[1]。药典规定该二组分测定方法均为容量法^{[2],[3]},操作较繁琐。本文应用转换曲线分光光度法的原理和方法^[4]同时测定了止痒酊中水杨酸和苯酚的含量,方法简便,结果可靠。

一、仪器与试剂

岛津 UV-3000 紫外可见分光光度计(日本),水杨酸(药用规格,用丙酮重结晶2次,容量法测得含量为99.72%),苯酚

(AR),无水乙醇(AR),止痒酊(本院自制,处方为液化酚1g,薄荷脑1g,水杨酸2g,80%乙醇加至100ml)。

二、实验方法与结果

(一)测定波长的选择 分别精密称取干燥至恒重的水杨酸和苯酚及薄荷脑适量,以无水乙醇为溶剂,使成每ml分别含水杨酸105.0 μ g,苯酚40.24 μ g及薄荷脑40.35 μ g的溶液,在255~270nm波长内扫描,薄荷脑在该波长范围内几乎无吸收。再改变水杨酸吸

收度数据标度,使水杨酸、苯酚两曲线相切,并知切点为 264nm,即在该波长处存在水杨酸和苯酚转换曲线的吸收峰(图 1)。

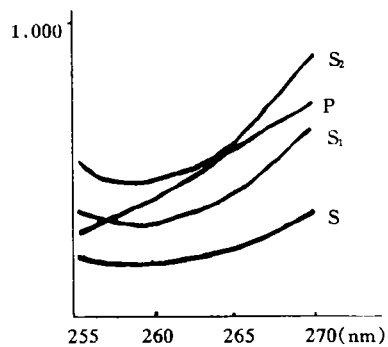


图 1 对照品吸收光谱及测定波长选择 P 及 S、S1、S2 为苯酚和水杨酸的吸收曲线,其数据标度依次记为 2.000、1.000、0.700

(二)对照品溶液的配制及转换曲线的绘制 配制上述浓度的水杨酸(S)、苯酚(P)溶液做为对照品溶液,在波长 255~270nm 范围内每隔 1nm 记录吸收度 A,再由同一波长处水杨酸、苯酚的吸收度(见表 1),得出

该波长处的转换值并作图(图 2)。

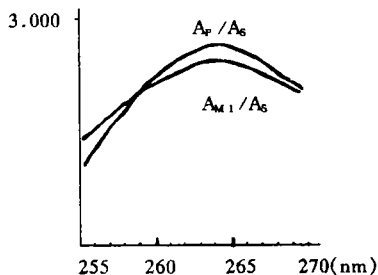


图 2 对照品及混合样品 M1 的转换曲线

(三)混和组分样品液的配制及转换曲线的绘制 按处方比例,以无水乙醇为溶剂,配制混合组分样品溶液(M₁, M₂, M₃),使成每 1ml 溶液中 M₁ 含 S 为 73.50μg、P 为 26.16μg;M₂ 含 S 为 65.10μg、P 为 30.18μg;M₃ 含 S 为 49.50μg、P 为 34.20μg;薄荷脑按比例加入。自 255~270nm 每隔 1nm 记录吸收度,以前面所述方法计算出对应波长的转换值并作图(见表 1,图 2,图 2 只绘出了混和组分样品溶液 M₁ 的转换曲线)。

表 1 对照品及混和组分样品的转换值

波长 (nm)	对照品		样品 M ₁ AM ₁ /A _S	样品 M ₂ AM ₂ /A _S	样品 M ₃ AM ₃ /A _S
	A _S	A _P /A _S			
255	0.199	1.030	1.372	1.417	1.382
256	0.181	1.282	1.530	1.608	1.597
257	0.168	1.554	1.714	1.798	1.804
258	0.161	1.820	1.870	1.988	2.025
259	0.159	2.006	1.994	2.151	2.214
260	0.159	2.208	2.119	2.302	2.384
261	0.161	2.385	2.242	2.447	2.540
262	0.168	2.512	2.321	2.536	2.649
263	0.177	2.621	2.401	2.621	2.746
264	0.190	2.684	2.437	2.663	2.805
265	0.207	2.667	2.430	2.652	2.792
266	0.226	2.593	2.385	2.593	2.721
267	0.250	2.456	2.296	2.484	2.608
268	0.279	2.294	2.190	2.358	2.470
269	0.306	2.176	2.124	2.278	2.376
270	0.338	2.071	2.062	2.201	2.272

(四)混和组分溶液的浓度及回收率

以对照品转换曲线上各波长处的值为自变量(χ),样品转换曲线上相应波长处的值为应变量(Y),建立一元线性回归方程,结果如下:

$$M_1: y = 0.6467\chi + 0.7042 \quad r = 0.9997$$

$$M_2: y = 0.7579\chi + 0.6286 \quad r = 0.9998$$

$$M_3: y = 0.8664\chi + 0.4761 \quad r = 0.9997$$

将测定物苯酚和干扰物水杨酸的对照品浓度分别与斜率和截距相乘即得混和组分样品中两者的浓度,并计算出回收率(见表2)。

表2 回收率的测定

组 分	投入量($\mu\text{g}/\text{ml}$)		测得量($\mu\text{g}/\text{ml}$)		回收率(%)	
	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚
M_1	73.50	26.16	73.94	26.02	100.60	99.46
M_2	65.10	30.18	66.00	30.50	101.38	101.06
M_3	49.50	34.20	49.99	34.86	100.99	101.93

(五)样品测定 精密量取止痒酊适量,以无水乙醇稀释至水杨酸、苯酚浓度各约为 $60\mu\text{g}/\text{ml}$ 和 $30\mu\text{g}/\text{ml}$ 左右,按照回收率测定项下方法测定,结果见表3。

表3 样品测定结果

序号	水杨酸标示量(%)	苯酚标示量(%)
1	100.63	99.58
2	102.45	101.36
3	99.77	100.53

三、讨论

转换曲线分光光度法可对混和组分同时进行鉴别和含量测定。对被测组分水杨酸和

苯酚,应存在转换曲线的峰或谷,并且使被测组分在选定波长下均处于读数准确范围之内,以保证测定的准确度;处方中其它成分在稀释后对测定无干扰;本方法操作简便,结果可靠,适用于医院制剂的分析。

参考文献

- [1]陈新谦,金有豫.新编药理学.第十三版.人民卫生出版社,1992:508
- [2]中华人民共和国药典委员会.中华人民共和国药典.二部,1990:52
- [3]中华人民共和国药典委员会.中华人民共和国药典.二部,1990:292
- [4]韩柏青.转换曲线分光光度法的初探.药物分析杂志,1995,15(1):45

紫外分光光度法测定枸橼酸乙胺嗪片的含量

邢启德 邓永强* 夏晴** 王彩云*** 李凤双****

(解放军第25医院 甘肃酒泉市 735000)

摘要 本文依据枸橼酸乙胺嗪在211nm波长处有最大吸收,拟定了紫外分光光度法测定其片剂的含量。对定量条件进行了考察,测定液浓度在 $15\text{--}31\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内,浓度(C)与吸收度(A)呈良好的线性关系, $r = 0.9999$,平均回收率为100.42%, $\text{RSD} = 0.61\%$ ($n = 8$)。该法简便,样液稳定,节省试剂,赋形剂对测定无干扰。测定结果与药典法对照,无显著性差异($P > 0.05$)。

关键词 枸橼酸乙胺嗪片;含量测定;紫外分光光度法

* 解放军第6医院
 ** 解放军第323医院
 *** 解放军84802部队医院
 **** 解放军兰州医学高等专科学校指导老师