DOI:10.16016/j.1000-5404.1994.03.019

系数倍率紫外分光光度法同时测定药物水杨酸和苯酚

张世德 夏仕文 (第三军医大学检验系分析化学教研室) 630038

水杨酸(学名是α-羟基苯甲酸),作为临床使用的一种常用药物,本身具有很强的杀菌能力,其钠盐的乙醇溶液在临床上不尽可用作尿道消毒、口腔清洁剂和因霉菌感染而引起的皮肤病的外用药[1],而且它的衍生物如钠盐、酯类等还可用于胃病治疗、解热镇痛,尤其对急性风湿症有较好的疗效,是风湿性关节炎患者的常用药物。但是由于水杨酸的制备原料为苯酚[2],若其在水杨酸中含量过高,不仅使水杨酸的标示量下降,失去疗效,同时会产生较大的毒副作用。因此它们的同时测定显得非常必要。

多组分混合体系的同时光谱分析,是近几年来的热门课题之一,已提出众多的分析方法[3,4],但水杨酸和苯酚的同时测定则未见报道,本文尝试用系数倍率紫外分光光度法同时测定药厂废液及临床用的水杨酸醇剂中二组分的含量,简单、方便、易行,结果令人满意,建立的方法可直接用于临床药物的质量检测。

1 材料与方法

1.1 主要仪器

日立365型UV--vis扫描分光光度计,7520型紫外分光光度计。

1.2 主要试剂

水杨酸、苯酚均为AR级,储备液浓度为1.00×10^{-2} mol/L,95%乙醇(AR)级。

1.3 实验方法

取适量水杨酸,苯酚储备液或试液于25 ml容量瓶中,用95%的乙醇稀释至刻度,摇匀。在选定的波长下以1 cm石英比色杯测量吸光度。

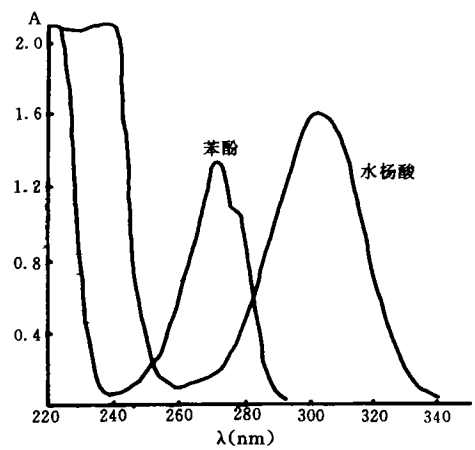
2 结果和讨论

2.1 溶剂的选择

苯酚可溶于水、乙醇中,而水杨酸只溶于乙醇不溶于水,考虑同一分析体系中二者的兼溶性,选择95%的乙醇为溶剂。

2.2 吸收光谱及测定波长的选择

水杨酸和苯酚的紫外吸收光谱如附图所示。



附图 水杨酸和苯酚的紫外吸收光谱图

从附图中得知,二者吸收光谱相互重叠,不能用常规分光光度法同时准确测定二组分。水杨酸和苯酚的最大吸收波长分别为302 nm和272 nm,302 nm以下苯酚无吸收,不干扰水杨酸的测定;272 nm以下,水杨酸有吸收,干扰苯酚的测定,其干扰拟通过系数倍率法消除,故选择水杨酸和苯酚的最大吸收波长为测定波长。

2.3 稳定性试验

试验表明:水杨酸和苯酚的乙醇溶液至少在6h内吸光度无变化。

2.4 定量关系式的确定

分别吸取水杨酸储备液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 ml和苯酚储备液0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 ml配成25 ml 95%的乙醇溶液,测定前者在272、302 nm和后者在272 nm下的吸光度,见表1,2。线性回归

?1994-2016 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

计算表明水杨酸和苯酚的最大摩尔吸光系数分别为 3.90×10^3，1.65×10^3，水杨酸的系数倍率 $K=A_{272}/A_{302}=0.1263$。

表1 水杨酸的 A_{302}～C 关系及K值

C×10⁴(mol/L)	0.400	0.800	1.600	2.400	3.200
A_{302}	0.164	0.304	0.618	0.948	1.240
A_{272}	0.018	0.036	0.082	0.123	0.152

$A_{302,水杨酸}=4.82\times10^{-4}+3.90\times10^3C_{水杨酸}$，$r=0.9998$

$A_{272,水杨酸}=-5.79\times10^{-4}+0.1263A_{302,水杨酸}$，$r=0.9975$

表2 苯酚的 A_{272}～C 的关系

C×10⁴(mol/L)	0.800	1.600	2.400	3.200	4.000
A_{272}	0.132	0.272	0.404	0.532	0.663

$A_{272,苯酚}=A_{272,苯酚-水杨酸}-KA_{302,水杨酸}=4.00\times10^{-3}+1.65\times10^3C_{苯酚}$，$r=0.9999$

2.5 标准混合样品的分析

五个体系不同浓度的水杨酸和苯酚标准混合液测定结果见表3。水杨酸和苯酚的平均回收率分别为99.17%，99.74%。

表3 标准混合样品分析结果

序号	理论值 C×10⁴ mol/L		实测值 C×10⁴ mol/L		回收率(%)	
	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚	水杨酸	苯酚
1	0.800	2.000	0.794	1.950	99.25	97.50
2	1.600	0.800	1.560	0.834	97.50	104.30
3	0.400	3.200	0.391	3.170	97.75	99.06
4	2.400	0.800	2.360	0.778	98.33	97.25
5	2.000	1.600	2.060	1.610	103.00	101.60
均值					99.17	99.74

2.6 实际样品的测定

药厂废液的直接测定。水杨酸醇剂取1.00 ml配成25 ml乙醇溶液，然后取0.20 ml配成25 ml乙醇溶液用于测定。其结果见表4。

表4 实际样品的测定结果

试 样	被测物	测定值(mg/L)	平均值	cv(%)	加入量(mg)	回收量(mg)	回收率(%)
药厂废液	水杨酸	9.76,9.54,9.72,9.59,9.69	9.66	0.95	0.276	0.271	98.19
	苯 酚	8.09,8.24,8.03,8.14,8.18	8.14	0.99	0.188	0.184	97.87
水杨酸醇剂*	水杨酸	27.50,26.80,28.30,27.20,26.60	27.30	2.40	0.276	0.270	97.83
	苯 酚	2.95,2.90,2.85,2.78,2.88	2.87	2.20	0.188	0.192	102.10

*：单位为g/L，标示量：水杨酸30 g/L

关键词 分光光度法*；水杨酸类；苯酚*

中图法分类号 R986

参考文献

1 徐景达 主编. 有机化学. 北京：人民卫生出版社，1985：116，174

2 南京药学院主编. 药物化学. 北京：人民卫生出版社，1978：99

3 相秉仁. 遗忘因子法在紫外分光光度分析上的应用——撒痛风注射液和增效联磺胶囊的含量测定. 中国药科大学学报，1990，21(6)：349

4 于盛茂. 双波长吸收光谱系数倍率法测定复方苯巴比妥散的含量. 药学学报，1989，24(3)：229

(收稿：1993-11-08；修回：1994-04-13)

?1994-2016 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net