

## 参考文献

1. 上海市卫生局编, 上海市药品标准(下册), 上海科学技术出版社, 1980; 294
2. 北京市卫生局编, 制剂手册, 人民卫生出版社, 1978; 163
3. 南京药学院主编, 分析化学, 人民卫生出版社, 1983; 136
4. 中国药学会上海分会编, 上海市医院制剂手册(第二版), 上海科学技术出版社, 1988; 21

## 双波长法测定复方苯甲酸酯的含量

苏州医学院附属第一医院 陶仲良 薛苏冬 金鸿滨

复方苯甲酸酯为医院常用制剂。每100.0 ml 75%乙醇中含水杨酸3.0g, 苯甲酸6.0g。中国医院制剂规范<sup>(1)</sup>及各医院制剂手册多用中和法测定其总酸量。本文采用双波长分光光度法<sup>(2)</sup>不经分离直接测定水杨酸和苯甲酸的含量。方便快捷, 结果准确, 适合医院快速分析。

## 一、仪器和试剂

Beckman DV-70型分光光度计; 751G型分光光度计; 水杨酸、苯甲酸、乙醇均符合1985版中国药典

## 二、实验条件的选择

## 1. 吸收光谱的绘制

精密称取干燥至恒重的水杨酸0.15g和苯甲酸0.3g, 分别按处方加入乙醇使溶解, 并用0.1mol/L硫酸液稀释成适当浓度, 以0.1mol/L硫酸液(内含处方量乙醇)为空白, 在200nm~260nm范围内绘制紫外吸收光谱图。结果表明, 水杨酸在236.4nm波长处, 苯甲酸在229.3nm波长处均有最大吸收。见附图。

## 2. 波长组合的选择

按作图法在图上初选测定水杨酸的组合波长为 $\lambda_2 = 236.4\text{nm}$ 和 $\lambda_1 = 222.0\text{nm}$ 左右; 测定苯甲酸的组合波长为 $\lambda_2' = 229.3\text{nm}$ 和 $\lambda_1' = 241.5\text{nm}$ 左右。然后分别配制三种不同浓度的水杨酸(3.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ~6.6 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )和苯甲酸(6.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ~13.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )溶液进

行精选。经实验最后确定, 测定水杨酸最佳波长为 $\lambda_2 = 236.4\text{nm}$ ,  $\lambda_1 = 222.2\text{nm}$ ; 测定苯甲酸最佳波长为 $\lambda_2' = 229.3\text{nm}$ ,  $\lambda_1' = 241.8\text{nm}$ 。

## 三、线性关系试验

分别精密吸取每ml含水杨酸0.6mg, 苯甲酸1.2mg的标准溶液0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0ml分别置100.0ml容量瓶中, 用0.1mol/L硫酸液稀释至刻度, 摇匀, 以0.1mol/L硫酸液为空白, 在236.4nm与222.2nm及229.3nm与241.8nm同时测得各自的吸光度, 分别求得两组 $\Delta A$ , 并进行回归计算。

$$C_{\text{水}} = 34.75 \Delta A + 0.0886 \quad r = 0.9998$$

$$C_{\text{苯}} = 18.97 \Delta A + 0.264 \quad r = 0.9995$$

## 四、回收率试验

准确配制供试液5批, 再分别用0.1mol/L硫酸液稀释至每ml含水杨酸0.6mg和苯甲酸1.2mg, 分别精密吸取0.68ml-0.84ml置100.0ml容量瓶中, 用0.1mol/L硫酸液稀释至刻度, 摇匀, 依上法测定, 分别求 $\Delta A$ , 并计算水杨酸和苯甲酸的含量。结果见表1。

## 五、样品测定

取本院自制复方苯甲酸酯, 准确稀释, 依上法测定, 并与中和法比较, 结果见表2。

## 六、讨论

1. 水杨酸和苯甲酸均为有机弱酸, 在酸性溶液中较稳定。在2h、4h、6h后复测,

表 1

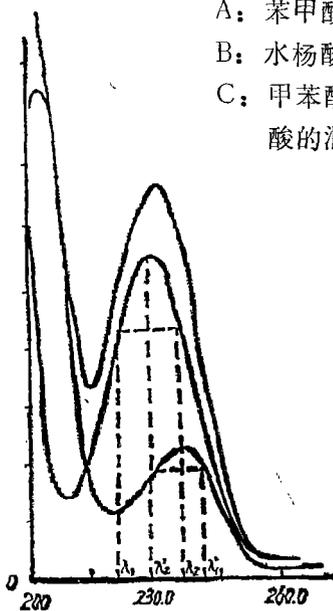
回 收 试 验

序 号	水 杨 酸 投 入 量 (μg/ml)	ΔA	水 杨 酸 测 得 量 (μg/ml)	回 收 率 (%)	平 均 回 收 率 (%)	苯 甲 酸 投 入 量 (μg/ml)	ΔA	苯 甲 酸 测 量 得 量 (μg/ml)	回 收 率 (%)	平 均 回 收 率 (%)
1	4.08	0.1165	4.11	100.6		8.16	0.4189	8.21	100.6	
2	4.32	0.1215	4.31	99.8		8.64	0.4451	8.71	100.8	
3	4.56	0.1287	4.56	100.0	99.7	9.12	0.4691	9.17	100.5	100.4
4	4.92	0.1372	4.86	98.7		9.84	0.5094	9.92	100.8	
5	5.04	0.1414	5.00	99.2		10.08	0.5137	10.01	99.3	
CV = 0.74%						CV = 0.64%				

表 2

样 品 测 定

批 号	中 和 法	本 法	
		水 杨 酸	苯 甲 酸
881227	95.2%	95.5%	95.3%
900222	99.3%	102.2%	101.4%
900401	98.5%	100.8%	101.3%



A: 苯甲酸  
B: 水杨酸  
C: 甲酸 + 水杨酸的混合物

吸收值不变。

2. 由于等吸收波长选择的准确与否对测定结果影响较大, 故要求仪器稳定性好, 波长要校正, 并尽量避免操作误差。

参 考 文 献

1. 中华人民共和国卫生部药政局: 中国医院制剂规范 (第一版) 1989: 75~76
2. 陈国珍等: 紫外-可见分光光度法 (上册) 北京 原子能出版社1983: 176

附图 紫外吸收光谱图

## 血浆中氨甲喋呤高效液相测定法

朱蓓德摘译 孔庆洪校

氨甲喋呤 (MTX, 4-amino-N<sup>10</sup>-methylpteroyl-L-glutamic acid) 是一种二氢叶酸还原酶抑制剂。该药用于治

疗急性淋巴细胞白血病, 非何杰金氏病淋巴瘤和其它例如乳房癌等恶性疾病, 大剂量使用该药。血浆浓度与药物中毒相关,