

密度取 1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0ml 分别置 25ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。在上述条件下进行二阶导数光谱扫描,量取 276nm 处的振幅,以浓度 C 对振幅 D 作标准曲线。结果表明:克霉唑浓度在 0.18—0.48mg/ml 范围内浓度(C)与振幅(D)之间呈良好的线性关系。回归方程为:

$$D=0.127002+46.7380C (Y=0.9990)$$

3. 回收率测定 精密称取克霉唑适量,按处方比例加入空白基质,以乙醇为溶剂配成不同浓度的溶液。按照上述方法进行测定,代入回归方程求得:平均回收率为 99.43%, RSD=0.89%(n=5)

4. 稳定性试验 取样品测定项下的克霉唑乙醇溶液,在配制后即刻放置 2、4、8、24h 后,依法测定。结果见表 1。结果表明。本品在 24h 内的二阶导数光谱基本无变化

表 1 稳定性试验结果

放置时间(hr)	0	2	4	8	24
测得 D 值(cm)	14.55	14.55	14.56	14.55	14.56

5. 干扰组分对测定组分的影响 配制同一浓度的克霉唑乙醇溶液,加入不同量的空白基质,滤过,用上述条件进行扫描,其振幅无明显变化。结果见表 2。

6. 样品的测定 精密称取克霉唑乳膏适量(约相当于克霉唑 15mg)置小烧杯中,加乙醇,置约 50℃水浴中振摇使溶解,转移

到 50ml 量瓶中,再置冰浴中冷却 30min,放至室温,加乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液按本法测定,并与规范法<sup>[2]</sup>比较,无明显差别,二者基本一致,结果见表 3。

表 2 干扰组分对测定组分的影响

克霉唑的 量(mg/ml)	0.2975	0.2975	0.2975	0.2975
相当空白基 质的量(mg/ml)	13.39	22.32	31.24	35.71
测得 D 值(cm)	14.02	14.025	14.02	14.02

表 3 本法与规范法的比较(n=4)

样品 编号(标示量%)	规范法 <sup>[2]</sup> RSD(%)	本法 (标示量%)	RSD(%)	
1	104.1	0.98	106.7	0.68
2	90.79	1.02	96.82	0.59
3	106.8	0.89	108.4	0.63

### 三、结论

本法可有效地排除基质的干扰,不经分离提取直接测定克霉唑的含量,且有较好的稳定性和精确性。

#### 参考文献

[1]胡敏燕. 药物分析,1990;10(2):115  
[2]《中国人民解放军总后勤部卫生部》编. 医疗单位制剂规范,1991:302

## 四苯硼钠法测定西咪替丁片的含量

李永健

(解放军第 211 医院 哈尔滨 150080)

**摘要** 本文采用四苯硼钠法测定西咪替丁片的含量,方法简便、快速、准确,回收率为 99.88±0.43%。经测定四个厂家 4 批样品的含量,并与药典方法(非水滴定法)进行了比较,结果一致。

**关键词** 西咪替丁;四苯硼钠法

## Determination of cimetidin tablets by sodium tetraphenylboron method

Li Yongjian

(211th Hospital of PLA, Haerbin 150080)

**ABSTRACT** A sodium tetraphenylboron method has been studied to determine the contents of cimetidin tablets. The average recoveries was  $99.88 \pm 0.42\%$ . This method is simple, rapid and accurate. The method provides consistent results comparable to those obtained from the assay defined in the CP(1990 edition) for four batches of tablets.

**KEY WORDS** cimetidin, sodium tetraphenylboron method

西咪替丁片是一种非硫脲类  $H_2$  受体拮抗剂,临床上用于治疗十二指肠溃疡与胃溃疡等症,疗效确切<sup>[1]</sup>。其含量测定《中国药典》采用非水滴定法<sup>[2]</sup>,实验条件要求高。本文经实验,发现在酸性条件下,西咪替丁与四苯硼钠 1:1 定量沉淀,据此建立了四苯硼钠法测定西咪替丁的含量的方法。其原理是在样品液中加入定量过量的四苯硼钠溶液,待西咪替丁与四苯硼钠沉淀完全后,以溴酚蓝为指示剂,用羟铵盐标准液回滴剩余的四苯硼钠。结果满意,现介绍如下:

### 一、试剂与药品

0.02mol/L 四苯硼钠溶液,醋酸—醋酸钠缓冲液(pH3.7),溴酚蓝指示剂,0.01mol/L 羟铵盐标准液,均按《中国药典》(1990年版)配制或标定;西咪替丁:常武化工厂提供,批号 910116,经蒸馏水重结晶获得的结晶品,非水滴定法测得含量为 100.08%。

西咪替丁片(规格 0.2g/片)

吉林白城友谊制药厂 批号 910701

广东省博罗制药厂 批号 930802

江西南昌五星制药厂 批号 9409002

同心药厂(解放军 9078 工厂)

批号 950104

### 二、测定方法

精密称取样品适量(约相当于西咪替丁 50mg)置 50ml 量瓶中,加 HAc—NaAc 缓冲液(pH3.7) 10ml,精密加入四苯硼钠

(0.02mol/L) 25ml,放置 5 分钟,加水至刻度,摇匀、过滤,弃去初滤液,精密量取续滤液 25ml,加溴酚蓝指示剂进行测定,并与《中国药典》法(非水滴定法)进行比较。结果见附表。

附表 两法测定结果比较  
(为标示量% n=3)

批号	四苯硼钠法	药典法
910701	100.46	100.73
930802	99.78	99.44
9409002	98.68	98.77
950104	99.23	99.82

结果表明,两种方法测定的结果是一致的( $P > 0.05$ )。

### 三、讨论

1. 四苯硼钠与有机含氮化合物定量产生沉淀,视分子中氮原子数目及碱性而定<sup>[3]</sup>,本法中沉淀结合比是 1:1,提示四苯硼钠仅与碱性强的叔胺氮产生沉淀,而其余五个氮不参与反应。

2. 本法简便、快速、准确,有良好的重现性,不需特殊条件,测定结果与法定方法一致,可用于西咪替丁片的含量测定。

### 参考文献

- [1]陈新谦,金有豫主编.新编药理学.第十三版.北京:人民卫生出版社,1992:292  
[2]中国药典.二部.1990:172  
[3]安登魁主编.药物分析.第二版.北京:人民卫生出版社,1986:153~6