

微生物法和本法分别测定,结果见表3。

表3 两种不同测定方法的结果比较

批号	相当标示量%		误差%
	微生物法	旋光法	
950512	99.13	98.84	+0.29
950516	98.54	98.18	-0.36
950514	97.92	97.52	+0.40
950616	100.00	99.85	+0.15
950617	99.45	99.67	-0.22
950613	99.43	99.06	+0.38

本法与微生物法比较,硫酸丁胺卡那霉

素含量无显著差异($P < 0.05$)。

三、结论

用旋光法测定硫酸丁胺卡那霉素注射液含量,其结果与药典采用微生物法比较接近,此法可直接取样测定,操作简便,快速,适用于医院和药厂对产品质量控制和快速分析。

参考文献

- [1]中华人民共和国卫生部药品标准(二部).第一册,1992:92
[2]中国药典1990年版(二部).1990:685

二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量

杨青 李明

(泰安市药品检验所 泰安 271000)

摘要 本文采用二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量。方法简便,结果准确。浓度在4~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 呈良好线性关系。回收方程为: $C = 189.6A + 0.01895$, $r = 0.9996$ 。回收率为:99.7%。RSD=0.4%, ($n = 5$)。

关键词 西咪替丁;二阶导数光谱法;含量测定

西咪替丁为 H_2 受体阻滞剂,能抑制组胺或五肽胃必素刺激引起的胃酸分泌。临床上广泛用于治疗胃溃疡,十二指肠溃疡及反流性食道炎。

西咪替丁片的含量测定,《中国药典》九五年版,采用非水溶液滴定法^[1],也有报道用紫外分光光度法^[2],我们采用二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量,有效的排除了辅料对测定的干扰,结果满意。

一、仪器与试剂

日本岛津UV-2100型分光光度计;西咪替丁对照品,由中国药品生物制品检定所提供;西咪替丁及片剂辅料由泰安制药厂提供,盐酸(化学试剂),AR级。

二、实验方法与结果

(一)测定波长的选择

取西咪替丁对照品适量。用盐酸溶液(0.9→1000)稀释成12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,在300~200nm波长范围内扫描,并绘制紫外吸收光谱(见图1)和二阶导数光谱(见图2)。从图1中看出,西咪替丁在紫外218nm处有最大吸收,辅料在此波长处也有吸收,对结果产生干扰。从图2看出,在二阶导数光谱中,西咪替丁在222nm波长处有导数谷,辅料在此波长处正处在基线上,对测定不发生干扰。故选用222nm波长为测定波长。

(二)西咪替丁对照液的配制

精密称取经105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的西咪替丁对照品10mg,加盐酸溶液(浓度同1),使其溶解,并稀释至100ml。

(三)吸收度的线性关系

精密吸取对照品稀释液,用盐酸溶液(浓

度同 1)。稀释制成 4, 8, 12, 16, 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准系列, 以盐酸溶液为空白对照, 在 300~200nm 波长范围内扫描, 并绘制二阶导数图谱。在 222nm 波长处测得谷-零振幅值, 将

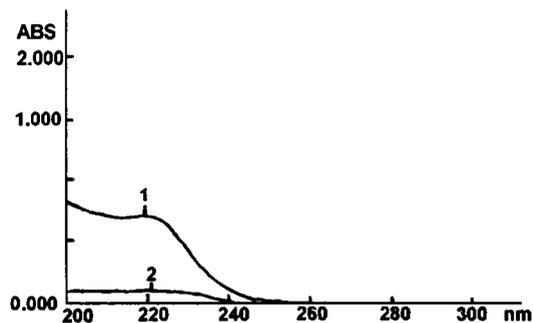


图 1 西咪替丁紫外吸收光谱图

1-西咪替丁 2-辅料

(四) 稳定性考查

以本品 4, 12, 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准溶液, 在波长 222nm 处, 分别放置 0, 2, 4, 8, 12, 24h, 测其结果谷-零振幅值无变化, 说明 24h 内稳定。

(五) 回收率试验

按处方量配成西咪替丁片的模拟溶液, 在 300~200nm 波长范围内扫描, 并绘制出二阶导数图谱, 在 222nm 波长处测得谷-零振幅值, 经回归方程计算出含量。其回收率

所测得谷-零振幅值, 经统计学处理, 得回归方程为: $C = 189.6A + 0.01895$, $r = 0.9996$ 。

结果表明: 西咪替丁的浓度在 4~20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内与吸收度呈线性关系。

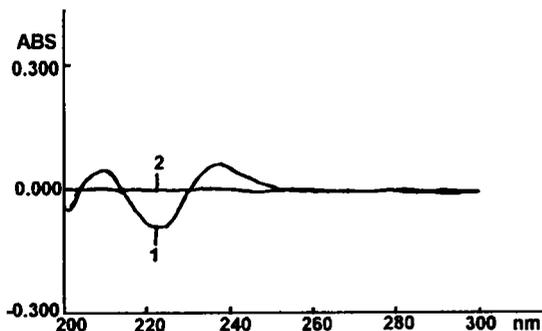


图 2 西咪替丁二阶导数光谱图

1-西咪替丁 2-辅料

平均值为: 99.7%, RSD=0.4% (n=5)。

(六) 样品测定

取西咪替丁片 20 片, 精密称定研成细粉, 精密称取适量, 用盐酸溶液稀释成 12 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液, 以盐酸溶液为空白, 在 300~200nm 波长范围内扫描, 并绘制出二阶导数图谱, 在 222nm 波长处测得谷-零振幅值, 按回归方程计算出含量。同时按《中国药典》九五年版方法测定其含量。结果见表 1。

表 1 三种方法测定西咪替丁结果的比较

批号	本法		药典法		紫外法	
	标示量 (%)	RSD (%)	标示量 (%)	RSD (%)	标示量 (%)	RSD (%)
951208	96.50	0.30	96.90	0.30	97.86	0.70
951209	97.70	0.32	98.10	0.33	99.20	0.71
951210	97.50	0.29	98.00	0.31	98.93	0.73

三、讨论

二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量, 不受制剂中辅料成分的干扰, 不经分离便可直接测定, 方法简便、快速、结果准确、重现性好。药典法是通过冰醋酸溶解后, 用高氯酸滴定, 此法溶剂具有很强的刺激性与腐

蚀性, 对实验室温度有一定的要求, 且操作繁琐。紫外光谱法, 不能有效的排除辅料对结果产生的干扰, 使结果存在一定误差。

参考文献

- [1]《中国药典》95 年版二部 1995:223
- [2]王佩兰, 舒维瑛. 现代应用药学. 1993;10(4)50