

表1 加样回收率试验结果

编号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	25.14	25.15	100.0
2	23.40	23.43	100.1
3	24.83	24.98	100.6
4	21.35	21.37	100.1
5	24.21	24.26	100.2
$\bar{x} = 100.2\%$		RSD = 0.27%	

表2 样品测定结果(标示量%)

	药典法	本法
1	98.46	98.12
2	101.2	101.3
3	101.4	101.5
4	99.50	99.56

精密称定样品 20 片(或 20 粒胶囊的内容物),研细,精密称取细粉适量(约相当于西咪替丁 50mg),置 150ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液约 80ml,振摇使西咪替丁溶解,再加 0.01mol/L 盐酸溶液至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 2.0ml 于 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液至刻度,摇

匀,以 0.01mol/L 盐酸溶液为空白,在 218 ± 1nm 波长处测定吸收度,计算含量,取 4 批样品,分别用本法与药典法测定,结果见表 2。

五、讨论

采用紫外分光光度法测定西咪替丁及其制剂的含量与非水滴定法(药典法)基本一致,回收率:100.2%,RSD:0.27%。此法简便、快速、准确、稳定,可考虑作为药厂半成品的快速测定方法。

本法用 0.01mol/L 盐酸溶液作溶剂,溶解度高,稳定性好。

参考文献

- [1]中国药典(二部).1995:222~223
- [2]杨青,李明.二阶导数光谱法直接测定西咪替丁片的含量.药学实践杂志,1997;15(1):36~7
- [3]王伟,朱国燕等.HPLC 法测定西咪替丁的含量.黑龙江医药,1997;10(1):26~7
- [4]杜志茂.西咪替丁及其制剂的双点电位滴定法.中国医药工业杂志,1996;27(1):30~1
- [5]李永键.四苯硼钠法测定西咪替丁片的含量.药学实践杂志,1996;14(1):47~8

四苯硼钠法测定 盐酸苯乙双胍片含量的研究

张治国 王 锦

(沈阳军区后勤部药品检验所 沈阳 110026)

摘要 本文利用在酸性条件下,苯乙双胍与四苯硼钠 1:1 定量沉淀,研究了四苯硼钠法测定其含量的方法,片剂的回收率为 99.2 ± 0.53%。本法简便、快速、准确、重现性好,测得结果与中国药典法^[2]一致,可用于盐酸苯乙双胍片的含量测定。

关键词 四苯硼钠法;盐酸苯乙双胍;含量测定

Determination of phenformin hydrochloride tablets by sodium tetraphenylboron method

Zhang Zhiguo, Wang Jin

(Institute for Drug control, Shenyang Military Region, Shenyang 110026)

ABSTRACT A sodium tetraphenylboron method has been studied to determine the contents of phenformin hydrochloride tablets. The method is simple, rapid and accurate. The result is consistent with

Chinese Pharmacopeia(1995 edition)

KEY WORDS phenformin, sodium tetraphenylboron method, content determination

盐酸苯乙双胍是临床上常用的降血糖药^[1],收载于《中国药典,1995 年版》。其片剂含量测定用凯氏定氮法^[2],操作繁琐,专属性差。本文依据苯乙双胍在酸性条件下与四苯硼钠 1:1 定量沉淀,建立了四苯硼钠法测定其含量的方法,现介绍如下。

一、试剂与药品

0.02mol/L 四苯硼钠液,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,1995 年版》配制或标定。

盐酸苯乙双胍精制品,由南通制药厂提供,用水重结晶精制而得,含量 99.6%(非水滴定法测定),m.p 175~177℃。

盐酸苯乙双胍片,市售品,批号:970626,950503,961119。

二、测定方法

精密称取样品适量(约相当于盐酸苯乙双胍 25mg)置 50ml 量瓶中,加 HAc-NaAc 缓冲溶液(pH3.7)20ml,振摇使主药溶解,精密加入四苯硼钠液(0.02mol/L)10ml,加水稀释至刻度,摇匀,放置 15min,过滤,弃去初滤

液,精密量取续滤液 25ml,加溴酚蓝指示液 0.5ml,用羟铵盐液(0.01mol/L)滴定,并将滴定结果用空白校正。每 1 毫升 0.02mol/L 四苯硼钠相当于 2.417mg 的 C₁₀H₁₅N₅·HCl。

三、回收率试验

精密称取盐酸苯乙双胍精制品适量,按处方加入淀粉、糊精、硬脂酸镁等附加剂,制成模拟片粉,依上述测定方法进行测定,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
1	22.14	21.96	99.2	99.2	0.53
2	24.82	24.85	100.1		
3	25.10	24.97	99.5		
4	25.98	25.72	99.0		
5	27.16	26.86	98.9		
6	29.03	28.62	98.6		

四、样品测定

取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸苯乙双胍 25mg)依“测定方法”进行测定,并与药典法进行比较,结果见表 2。

表 2 本法与药典法测定结果比较(n=3)

批号	本 法		药 典 法	
	\bar{x} (标示量%)	RSD(%)	\bar{x} (标示量%)	RSD(%)
950503	97.8	0.13	97.4	0.16
961119	98.6	0.18	98.0	0.20
970626	96.4	0.15	95.8	0.11

结果表明,本法与药典法测得结果一致。(P>0.05)

五、讨论与小结

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^[3],本法中沉淀结合比是 1:1,提示四苯硼钠可能仅与碱性较强的苯乙基直接相连的氮原子发生反应,而分子中其余 4 个氮原子不参与反应。

本法简便、快速,准确,有良好的重现性,不需要特殊条件,测得结果与测定方法一致,可用于盐酸苯乙双胍片的含量测定。

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,1992:400
- [2]中国药典 1995 年版,二部,1995:647
- [3]安登魁主编.药物分析.第 2 版,北京:人民卫生出版社,1986:153~156