

· 简 报 ·

一阶导数光谱法测定复方甲基炔诺酮片中 甲基炔诺酮的含量

李荣生

(全国计划生育药具质量南京监测中心,南京 210009)

关键词 甲基炔诺酮; 含量测定; 一阶导数法

复方甲基炔诺酮片是一种常用的口服避孕药, 主要成分是十八甲基炔诺酮(0.30 mg)和炔雌醇(0.03 mg)。其含量测定有比色法^[1], 但此法操作繁琐, 误差大, 重现性较差。此外尚有高效液相色谱法^[2], 系数倍率法^[3]。本文介绍一阶导数光谱法测定甲基炔诺酮的含量, 很好地消除了炔雌醇及其辅料在紫外区的干扰, 使甲基炔诺酮的含量测定获得满意的效果。此法简便, 回收率、重现性较好。

1 仪器与试剂

岛津 UV-265 分光光度计; 对照品: 甲基炔诺酮, 炔雌醇(中国药品生物制品检定所); 甲基炔诺酮原料、辅料(南京第二制药厂)。

2 实验条件

2.1 紫外吸收光谱及一阶导数光谱图

按处方分别将甲基炔诺酮、炔雌醇及辅料用无水乙醇稀释成适当浓度, 测定各自的紫外吸收光谱及一阶导数光谱, 见图 1。

从图 1-a 可以看出在 200~300 nm 范围内, 甲基炔诺酮的无水乙醇溶液的吸收曲线呈二次曲线, 而炔雌醇及辅料的吸收曲线呈线性。从图 1-b 可以看出, 甲基炔诺酮无水乙醇的一阶导数光谱图的峰与谷分别为 225 nm 和 249 nm, 但在 225 nm 波长处炔雌醇与辅料均有干扰, 在 249 nm 波长处, 炔雌醇及

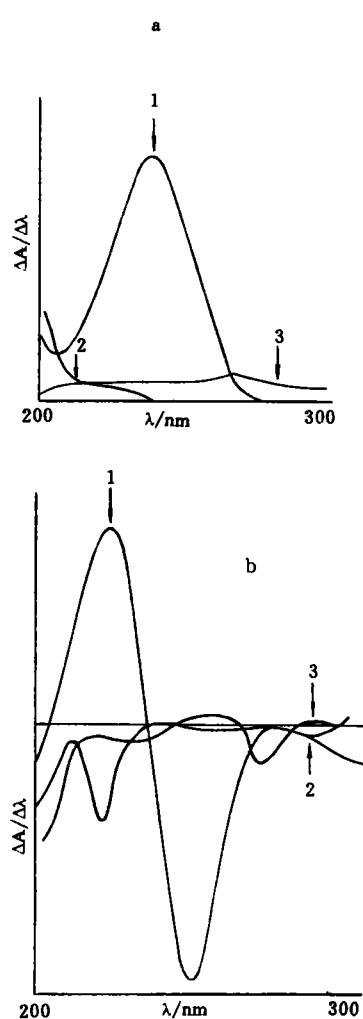


Fig. 1. The ultraviolet spectra (a) and first derivative spectra (b) of norgestrel (1), ethynodiol (2) and excipient (3)

辅料的干扰几乎为零, 故按峰-零法^[4]取 249 nm 作为测定波长量取最大振幅。

收稿日期 1995-01-12 本文在华东地区第二次药物分析学术会议上交流(1990年9月青岛)

3 测定方法

3.1 标准曲线的绘制

精密称取甲基炔诺酮对照品约 20 mg, 用无水乙醇稀释至 100 ml, 然后分别吸取 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.25, 1.50 ml 制成 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 浓度的标准溶液, 在 200~300 nm 波长范围内进行扫描, 绘制一阶导数图谱, 以 249 nm 波长处的振幅对浓度绘制标准曲线, 得出回归方程: $C = 271H - 0.0097, r = 0.9998 (n=6)$ 。

3.2 回收率试验

精密称取甲基炔诺酮约 10 mg, 快雌醇约 1 mg, 处方量辅料适量, 置于 50 ml 容量瓶中, 加无水乙醇振摇, 稀释至刻度, 过滤, 取续滤液 1 ml 置 25 ml 容量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 在 200~300 nm 波长内微分光谱扫描, 取 249 nm 波长处振幅, 代入回归方程计算, 结果见表 1。

Tab 1. The test of recovery

No	Added, $\mu\text{g}/\text{ml}$	Found, $\mu\text{g}/\text{ml}$	Recovery, %
1	9.0209	9.0786	100.6
2	8.1606	8.2352	100.9
3	9.3536	8.5399	102.2
4	8.1920	8.2119	100.2
5	8.3200	8.3056	99.8
6	8.5440	8.4930	99.4

Average recovery $\bar{x} = 100.5\%, RSD = 0.98\%$

3.3 样品测定

取样品 20 片, 精密称重, 研细, 精密称取粉末适量(约相当于 5 片量), 置于 500 ml 容量瓶中, 加无水乙醇振摇, 稀释至刻度, 过滤,

取续滤液 15 ml 置于 50 ml 容量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 在 200~300 nm 波长处进行微分光谱扫描, 在 249 nm 波长处取振幅, 代入回归方程计算含量, 见表 2。

Tab 2. The content (mg/Tablet) of norgestrel in sample, $n=3$

Batch	First derivative spectrography		Colorimetry	
	Content	RSD, %	Content	RSD, %
870506	0.258	0.21	0.275	0.70
970507	0.277	1.70	0.301	1.60
871202	0.265	0.00	0.314	0.45

4 讨论

1) 比色法测定直接取 5 片样品, 用氯仿提取后, 显色。该法影响因素较多, 结果误差大, 重现性差。由于未经分离, 某些结构相似的组分也显色, 所以含量测定普遍偏高。

2) 一阶导数光谱法排除了其它组分的干扰, 且具有良好的线性, 操作方法快速简便, 回收率、重现性均较好。

参考文献

- 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典:二部. 北京:人民卫生出版社, 化学工业出版社, 1985. 294~295
- 白亚民, 陈文英, 杨昌全等. 复方甲基炔诺酮中各组分的高效液相色谱法分离与测定. 药物分析杂志, 1986, 6 (4):23
- 相秉仁, 俞松林, 王小宁等. 系数倍率法测定复方甲基炔诺酮片中有效成分的含量. 药物分析杂志, 1986, 6 (5):25
- 安登魁主编. 药物分析. 北京:人民卫生出版社, 1980. 325

Determination of Norgestrel in Compound Preparation by First Derivative Spectrography

Li Rongsheng

Nanjing Quality Control Centre of Drugs and Equipment for National Family Planning, Nanjing 210009

Abstract The content of norgestrel in compound dosage form was determined by 1st derivative spectrography. The interference of other components can be eliminated. The correlation coefficient of the standard curve $r = 0.9998$. The average recovery was 100.5%, and $RSD = 0.98\%$.

Key words Norgestrel; Determination of content; First derivative spectrography