

• 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<sup>[1]</sup>, 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<sup>[2]</sup>, 系数倍率法<sup>[3]</sup>。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

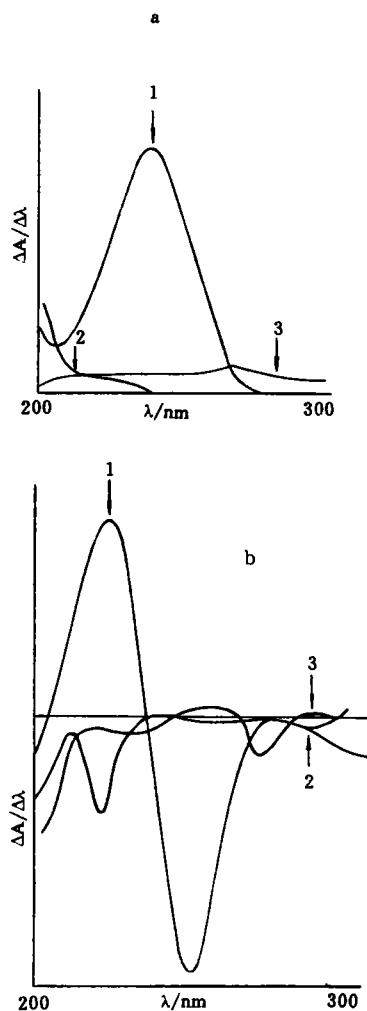


Fig 1. The ultraviolet spectra(a) and first derivative spectra(b) of norgestrel(1), ethiny estradiol(2) and excipient(3)

辅料的干扰几乎为零, 故按峰-零法<sup>[4]</sup>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  $\mu\text{g/ml}$  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, 炔雌醇约 1 mg, 处方辅料适量, 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, $\mu\text{g/ml}$	Found, $\mu\text{g/ml}$	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

- 1 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
- 2 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
- 3 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
- 4 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