

# 系数倍率法测定痤疮酊剂中替硝唑及己烯雌酚的含量

薛加林,邵丽晓,严利明(浙江省嘉兴市武警总队医院药械科,浙江 嘉兴 314000)

**摘要:**目的 建立测定痤疮酊剂中替硝唑及己烯雌酚的含量的方法。方法 采用双波长系数倍数法,测定波长为 239 nm, 312 nm。结果 替硝唑回收率 99.80% (RSD=0.384%, n=7);己烯雌酚回收率 100.44% (RSD=0.158%, n=7)。结论 方法简便快速,准确可靠,可作为该复方制剂的质量控制标准。

**关键词:**系数倍率法;替硝唑;己烯雌酚;痤疮酊剂

中图分类号:R917.102 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2008)07-0661-02

## Determination of Tinidazole and Diethylstilbestrol in Acne Spirits Suppository with Signal Multiplier Method

XUE Jia-lin, SHAO Li-xiao, YAN Li-ming (General team of Zhejiang Province Jiaxing City Armed Police Force Hospital Insecticide-spreading Instruments Section, Jiaxing 314000, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** Establish the determination method of Tinidazole and Diethylstilbestrol in acne spirits suppository. **METHODS** Adopt the double wave-length signal multiplier method, the determination wave-length is 239 nm and 312 nm. **RESULTS** The rate of recovery of Tinidazole is 99.80% and RSD=0.384% (n=7), the rate of recovery of Diethylstilbestrol is 100.44% and RSD=0.158% (n=7). **CONCLUSION** The method is simply, rapid, accurate and the result is reliable, which can be the standard of quality control.

**KEY WORDS:** Signal multiplier method; Tinidazole; Diethylstilbestrol; Acne spirits

青春痘是青少年的常见病、多发病,其原因为雄性激素分泌过多及细菌感染引起。用替硝唑和己烯雌酚制成的酊剂治疗有一定疗效。本文用双波长系数倍率法测定该制剂中替硝唑和己烯雌酚的含量,操作简便,结果可靠,可用于该制剂的质量控制。

### 1 仪器及试剂

#### 1.1 仪器

DU-600紫外分光光度计(美国贝克曼公司);TG328B光电分析天平

#### 1.2 试剂

替硝唑(印度生产,广东医药集团物资分装,批号:77371);己烯雌酚(广州市月秀制药厂生产,批号:960216);甘油(江苏无锡市正达医药卫生用品厂,批号:010716);无水乙醇(中国南沈化工研究开发联合公司,纯度 $\geq 99.5\%$ )。

### 2 实验方法与结果

#### 2.1 方法的建立

精密称取干燥恒重的替硝唑、己烯雌酚、甘油,按处方比例用 75%乙醇溶液为溶剂,分别配成适宜浓度的溶液,在 200-500 nm 范围内扫描,得各组分吸收光谱,见图 1。

由光谱图可见,替硝唑在 312 nm 处有最大吸收而己烯雌酚无吸收,由此可在 312 nm 处直接测定替硝唑含量。据

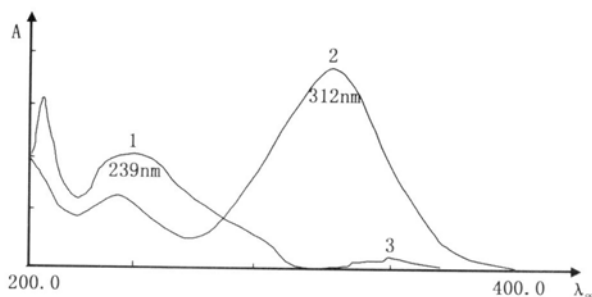


图 1 各成分的紫外吸收光谱

1 - 己烯雌酚; 2 - 替硝唑; 3 - 甘油

光谱行为,用双波长系数倍率法选择 239 nm 与 312 nm 作为测定波长可直接测定己烯雌酚的含量,溶液中甘油在 200 ~ 500 nm 处无吸收,对两者的测定均无影响。由系数倍率法原则<sup>[1]</sup>可知,如令:

$$A_1^I / A_2^I = K$$

$$A_{\text{混}}^{\text{II}} = AE \cdot C^{\text{II}} \cdot L$$

$$C^{\text{II}} = (A_1^{\text{II}} - KA_2^{\text{II}}) / (E_1^{\text{II}} - KE_2^{\text{II}}) \quad (1)$$

上标 I, II 表示替硝唑、己烯雌酚;下标 1, 2 分别表示测定波长 239 nm、312 nm。己烯雌酚在 312 nm 处无吸收 ( $E_2^{\text{II}} = 0$ )。故 (1) 式可写成:

$$C_{II} = (A_1 - KA_2) / E_{II} \quad (2)$$

此即为本实验中系数倍率法的计算公式。

## 2.2 溶剂的选择与稳定性试验

称取干燥至恒重的替硝唑、己烯雌酚适量,以 75%乙醇溶液为溶剂,制成适宜浓度的溶液,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 16, 32 h 考察其光谱行为和测定波长处吸收度的影响。结果表明,在 32h 内两组分吸收光谱及测定波长的吸收度未见显著变化,因此 75%乙醇可用做测定溶剂。

## 2.3 线性考察

准确配制数份适宜浓度的替硝唑、己烯雌酚的 75%乙醇溶液,在 239 nm、312 nm 波长处测定并作线性回归,得回归方程:

$$\begin{aligned} A_{239\text{nm}} &= 0.05793 C_{己} - 0.00162 \\ A_{239\text{nm}} &= 0.01320 C_{替} - 0.00460 \quad r=0.9999, n=7 \\ A_{312\text{nm}} &= 0.03577 C_{替} - 0.00451 \end{aligned}$$

上述试验表明:替硝唑、己烯雌酚的 75%乙醇溶液在仪器测定范围内符合比尔定律。对应浓度:替硝唑在波长 239 nm 处为 9.988 ~ 124.85  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 波长 312 nm 处为 2.996

表 1 回收率实验的测定结果

序号	投入量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$		测定值		测得量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$		回收率 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	
	己烯雌酚	替硝唑	A239 nm	A312 nm	己	替	己	替
1	10.39	33.92	1.0717	1.2305	10.43	33.68	100.38	99.29
2	10.18	32.58	1.0422	1.1950	10.21	32.44	100.29	99.57
3	10.37	33.62	1.0683	1.2247	10.41	33.53	100.39	99.73
4	10.24	32.92	1.0536	1.1993	10.32	32.83	100.78	99.73
5	10.16	33.34	1.0540	1.2190	10.20	33.37	100.39	100.09
6	10.21	33.20	1.0566	1.2185	10.25	33.36	100.39	100.48
7	10.17	33.42	1.0542	1.2170	10.22	33.32	100.49	99.70
平均回收率 / %							100.44	99.70
RSD / %							0.158	0.384

## 2.7 样品测定

取处方比例酊剂溶液 3 份,于 239 nm、312 nm 波长处测定吸收度,计算结果见表 2。

表 2 样品测定结果

序号	测定值		含量 / %	
	A239 nm	A312 nm	己烯雌酚	替硝唑
1	0.7547	0.9029	95.52	98.87
2	0.7512	0.8979	94.70	98.36
3	0.7616	0.9109	95.99	99.78

## 3 讨论

### 3.1 青春痘是青少年的常见病和多发病,由于常发病于颜

~ 37.455  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ;己烯雌酚为 1.632 ~ 20.40  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

## 2.4 K 值的测定

精确称取干燥至恒重的替硝唑适量,配成 7 份不同浓度的溶液,每份溶液平行 3 份,在 239 nm、312 nm 处测定其吸收度。按  $A_{239\text{nm}} / A_{312\text{nm}}$  计算 K 值。K 值为 0.3656, RSD = 0.179% ( $n=7$ )。

## 2.5 E 值的测定

精密称取干燥至恒重的替硝唑、己烯雌酚<sup>[2]</sup>适量,分别配成 7 份不同浓度的溶液,每份平行三份,分别在 239 nm、312 nm 处测定吸收度,计算 E 值,得替硝唑在 312 nm 处  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  为 365.3, RSD = 0.36% ( $n=7$ );己烯雌酚在 239 nm 处  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  为 596.27, RSD = 0.38% ( $n=7$ )。

## 2.6 回收率试验

精密称取干燥至恒重的替硝唑、己烯雌酚、甘油,按处方比例配成 75%乙醇溶液。在 239 nm、312 nm 处测定吸收度,按公式  $C_{己} = (A_1 - KA_2) / \Delta E_{己}$ ,  $C_{替} = A_2 / E_{替}$  计算,回收率结果见表 1。

面部,往往给患者造成较大的心理压力,因此研制一种有效、经济、安全使用简单的制剂是非常有意义的。

3.2 实验中观察到替硝唑在 75%乙醇中溶液较慢,可用水浴加热,放冷至室温不再析出。

3.3 系数倍率法是一种简便的计算分光光度法,原理简单、计算简便、结果准确,能不经分离直接测定本品的两种主要组分的含量。因而操作方便快捷,有利于控制药品的质量。

## 参考文献

- [1] AN D K. Medicine analysis[M]. Jinan: Jinan press, 1992: 4.  
[2] Ch. P(2000) Vol II (中国药典 2000年版,二部)[S]. 2000: 1.

收稿日期: 2007-08-09