

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-甾体激素类药物的分析 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文  
[https://www.100test.com/kao\\_ti2020/263/2021\\_2022\\_\\_EF\\_BC\\_92\\_EF\\_BC\\_90\\_EF\\_BC\\_90\\_EF\\_c23\\_263759.htm](https://www.100test.com/kao_ti2020/263/2021_2022__EF_BC_92_EF_BC_90_EF_BC_90_EF_c23_263759.htm) 甾体激素类药物的分析

考点1：醋酸地塞米松及其制剂的分析

1. 结构及性质 醋酸地塞米松属肾上腺皮质激素，其结构如下：醋酸地塞米松A环的C1、C2间，C4、C5间各有一个双键，并与C3上的酮基形成共轭体系，所以有紫外吸收；C17上为 $\beta$ -醇酮基的醋酸酯， $\beta$ -醇酮基具有还原性；C10、C13具有角甲基，C11上有羟基。

2. 鉴别 (1) 与碱性酒石酸铜试液的反应。皮质激素的C17- $\beta$ -醇酮基具还原性，与斐林试剂反应生成橙红色氧化亚铜沉淀，《中国药典》据此对本品进行鉴别。取本品约10mg，加甲醇1ml，微温溶解后，加热的碱性酒石酸铜试液1ml，即生成红色沉淀。(2) 与硫酸的反应。本品为甾体激素的醋酸酯，可在碱性条件下先行水解生成醋酸，再于硫酸存在条件下与乙醇发生酯化反应，生成醋酸乙酯，具香气，可进行鉴别。取本品50mg，加乙醇制成氢氧化钾试液2ml，置水浴中加热5分钟，放冷，加硫酸溶液(1:2)2ml，缓缓煮沸一分钟，即发生醋酸乙酯的香气。(3) 有机氟化物的反应。本品结构中含有氟，照《中国药典》附录“一般鉴别试验”中“有机氟化物”的鉴别方法鉴别。鉴别方法：取供试品约7mg，用氧瓶燃烧法进行有机破坏，用水20ml与0.01mol/L氢氧化钠溶液65ml为吸收液，俟燃烧完毕后，振摇使吸收；取吸收液2ml，加茜素氟蓝试液0.5ml，再加12%醋酸钠的稀醋酸溶液0.2ml，用水稀释至4ml，加硝酸亚铈试液0.5ml，即显蓝紫色。有机氟化物经氧瓶燃烧法破坏后，生

成F<sup>-</sup>，在pH4.3的醋酸-醋酸钠缓冲液中，可与茜素氟蓝试液和Ce<sup>3+</sup>形成蓝紫色水溶性配合物，以供鉴别。（4）红外光谱法。《中国药典》采用红外光谱法鉴别本品，用溴化钾压片，主要的特征峰如下：《中国药典》要求，本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致。

### 3. 特殊杂质检查

（1）其他甾体。取本品，加氯仿-甲醇（9：1）制成每1ml中含10mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，加氯仿-甲醇（9：1）稀释成每1ml中含0.20mg的溶液，作为对照溶液，进行薄层色谱试验。分别取上述两种溶液各5 μl，点于同一硅胶G薄层板上，用二氯甲烷-醋酸甲酯-水（100：50：50）的下层液为展开剂，展开后晾干，喷以碱性四氯唑蓝试液。供试品溶液如显杂质斑点，其颜色与对照溶液的主斑点比较，不得更深。本法为高低浓度对比法，显色剂四氯唑蓝为氧化剂，常作为皮质激素类药物的显色剂，四氯唑蓝可被C17上 $\beta$ -醇酮基还原为蓝色甲腊而显色。

（2）硒。由于本品在合成过程中使用二氯化硒脱氢，硒对人体有剧毒，需进行检查。按《中国药典》附录“硒检查法”检查。有机药物首先经氧瓶燃烧破坏，药物中的硒转变为Se<sup>6+</sup>，在吸收液中加盐酸羟胺，使Se<sup>6+</sup>还原为Se<sup>4+</sup>，在pH2.0的条件下，与2，3-二氨基萘反应，生成4，5-苯并苯硒二唑，用环己烷提取后，于378nm波长处测定吸收度，与对照品比较后测定含量。本品中硒的限度为0.005%。

### 4. 含量测定

（1）醋酸地塞米松的含量测定。采用高效液相色谱法，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；甲醇-水（70：30）为流动相；检测波长为240nm。甲睾酮（0.2mg/ml）作内标。测定方法：取醋酸地塞米松对照品约13mg，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇35ml溶解，用水

稀释到刻度，摇匀；精密量取此溶液和内标溶液各5ml，置25ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀；取20  $\mu$ l注入色谱仪，记录色谱图；另取本品适量，同法测定，按内标法以峰面积计算醋酸地塞米松含量。（2）醋酸地塞米松片的含量测定。采用分光光度法测定片剂的含量。取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于醋酸地塞米松7.5mg），置100ml量瓶中，加乙醇75ml，置50~60 的水浴中保温10分钟，并时时振摇使样品溶解，放冷至室温，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20ml，置另一100ml量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀，在240nm波长处测定吸收度，按醋酸地塞米松的吸收系数（ $E_{1m}$ ）为357计算含量。式中， $A$ --测定的吸收度值； $W$ --样品的称样量，g； $\bar{w}$ --平均片重，g。（3）醋酸地塞米松注射液的含量测定。醋酸地塞米松注射液采用四氮唑比色法测定含量，皮质激素类药物的C17- $\alpha$ -醇酮基具有还原性，在强碱性条件下可以还原四氮唑盐成有色甲（TTC），从而采用比色法测定含量。氯化三苯四氮唑（TTC），其还原产物为红色的三苯甲，在485nm处有最大吸收，常用于皮质激素类药物制剂的含量测定。测定方法：精密称取醋酸地塞米松对照品25mg，置100ml量瓶中，加无水乙醇适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，得对照品溶液；取本品，摇匀，精密量取适量（约相当于醋酸地塞米松25mg），置100ml量瓶中，加无水乙醇稀释至刻度，摇匀，用干燥滤纸滤过，取续滤液得供试品溶液；精密量取醋酸地塞米松的对照品溶液和供试品溶液各1ml，分别置干燥具塞试管中，各精密加无水乙醇9ml与氯化三苯四氮唑试液1ml，摇匀，再各精密加氢氧化四甲基铵试液1ml，摇匀，在25 的暗处放置40

~ 50分钟，照分光光度法，在485nm波长处分别测定吸收度，计算，即得。含量测定结果的计算公式为：式中， $A_X$ ， $A_R$ --供试品溶液和对照品溶液的吸收度； $C_R$ --对照品溶液的浓度，mg/ml； $V$ --样品的取样量，ml。100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 [www.100test.com](http://www.100test.com)