

# 益肝灵片含量测定的改进

张南生 (温州医学院附属一医, 温州 325000)

吴皇钊 (温州制药厂, 温州 325000)

益肝灵片是一种具有改善肝功能及肝细胞膜作用的保肝药。其主药成分为水飞蓟素(以水飞蓟宾计), 目前卫生部标准中其含量测定采用标准品对照的分光光度法, 该法操作繁琐, 费时, 而且误差大。而本改进方法是用甲醇直接制备样品溶液(经过滤), 用吸收系数法, 使操作简化。

## 1 仪器与试剂

751-G、751-GW 紫外分光光度计(上海分析仪器厂), UV-260、UV-265FW、UV-2201分光光度计(日本岛津)。

水飞蓟宾对照品: 温州制药厂提供(浙江省药检所标定)

甲醇: AR级

益肝灵片(片芯、成品): 温州制药厂

## 2 方法与结果

**2.1 含量测定方法** 取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于水飞蓟宾 20 mg), 置100 ml 量瓶中, 加甲醇50 ml, 振摇15分钟使水飞蓟素完全溶解, 加甲醇至刻度, 振匀, 滤过, 弃去初滤液, 精密量取续滤液5 ml, 置另一100 mm 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 照分光光度法(中国药典1995版二部收录IV), 在288 nm 的波长处测定吸收度, 按水飞蓟宾( $C_{25}H_{32}O_{10}$ )的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为475计算, 即得。

**2.2 线性范围** 精密称取水飞蓟宾对照品适量, 照“吸收系数测定”项下的方法, 用甲醇配制一系列溶液, 依法测定, 求得回归方程:  $A = 0.0477C - 0.0092$ ,  $Y = 0.9999$ , 实验表明, 浓度在6—14  $\mu\text{g/ml}$  范围内, 吸收度与浓度呈良好的线性关系。

**2.3 吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )的测定** 精密称取水飞蓟宾对照品约0.1 g, 置100 ml 量瓶中, 加甲醇50 ml, 置50—60°C水浴中加热, 并时时振摇使水飞蓟宾完

## 吸收度与浓度的关系

| 浓度C( $\mu\text{g/ml}$ ) | 6.05  | 8.07  | 10.09 | 12.11 | 14.13 |
|-------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 吸收度A                    | 0.287 | 0.386 | 0.480 | 0.576 | 0.674 |

全溶解, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取5 ml, 置50 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取稀释液5 ml, 置另一50 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用五台不同型号的紫外和可见分光光度计, 在288 nm 波长处测定其吸收度, 计算吸收系数, 其结果:  $E_{1cm}^{1\%}$  为475.0,  $CV = 0.20\%$  ( $n = 20$ )。

**2.4 回收率试验** 精密称取水飞蓟宾对照品约20 mg, 置100 ml 量瓶中, 加甲醇50 ml, 置50—60°C水浴中加热, 并时时振摇使水飞蓟宾完全溶解, 放

## 样品测定结果

| 批号       | 本法(标示量 $\pm s\%$ )           | 部颁标准(标示量) |
|----------|------------------------------|-----------|
| 941204片芯 | 99.00 $\pm$ 0.58( $n = 3$ )  | 99.17     |
| 941204成品 | 99.32 $\pm$ 0.28( $n = 4$ )  | 96.64     |
| 941202片芯 | 102.54 $\pm$ 0.45( $n = 3$ ) | 99.68     |
| 941202成品 | 102.14 $\pm$ 0.59( $n = 4$ ) | 93.79     |
| 941104片芯 | 96.84 $\pm$ 0.13( $n = 4$ )  | 96.08     |
| 941104成品 | 96.99 $\pm$ 0.54( $n = 8$ )  | 95.62     |
| 941101片芯 | 96.05 $\pm$ 0.37( $n = 3$ )  | 94.71     |
| 941101成品 | 95.96 $\pm$ 0.33( $n = 5$ )  | 91.90     |
| 941004片芯 | 94.52 $\pm$ 0.47( $n = 2$ )  | 96.60     |
| 941004成品 | 94.58 $\pm$ 0.43( $n = 5$ )  | 93.17     |
| 941002片芯 | 95.49 $\pm$ 0.62( $n = 2$ )  | 94.12     |
| 成品       | 97.30 $\pm$ 0.84( $n = 20$ ) | 91.78     |
| 941102片芯 | —                            | 98.16     |
| 成品       | 98.04 $\pm$ 0.57( $n = 4$ )  | 95.16     |
| 941103片芯 | —                            | 95.95     |
| 成品       | 96.13 $\pm$ 0.45( $n = 4$ )  | 92.57     |

冷,加入处方量(按温州制药厂处方)辅料(约0.16 g),照“含量测定”项下的方法,自“振摇15分钟”起,依法测定,计算回收率,其结果为100.2% ( $n = 9$ ,  $CV = 0.59\%$ )。

2.5 样品的测定 用含量测定方法对八个不同批号的片芯和成品进行测定。

### 3 讨论

3.1 采用本法进行含量测定其操作比部颁标准上的方法要简便、省时。

3.2 本法测定的误差小,便于生产上中间控制。

收稿日期: 1996—10—22