

滋肾胶囊质量标准的研究

张林松 谢东浩¹ (镇江 212003 江苏镇江市药品检验所; ¹ 镇江 212000 江苏镇江医学院附院)

摘要 目的:建立滋肾胶囊的质量控制方法。方法:用薄层层析法对其中牡丹皮、枸杞子进行了定性鉴别,用水蒸气蒸馏——一阶导数光谱法测定了其中丹皮酚的含量,检测波长为 262 和 282nm, $\Delta\lambda$ 为 1nm。结果:线性范围为 0 ~ 7.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ($r = 0.9996$), 平均回收率为 98.93 % ($n = 5$), RSD 为 1.12 %。结论:该方法简便、准确,可以作为该制

剂的质量控制标准。

关键词 滋肾胶囊;薄层层析;丹皮酚;导数光谱

Study on quality standards of Zishen capsules

Zhang Linsong(Zhang LS) ,Xie Donghao(Xie DH) (Zhenjiang Institute of Drug Control ,Zhengjiang 212003)

ABSTRACT **OBJECTIVE:**A quality control method was established for Zishen capsules . **METHODS :**Its ingredients cortex moutan and fructus lycii were identified by TLC . A steam distillation and first order derivative spectrophotometry method to determine paeonol in the capsules was established .The detection wavelengths were 262 and 282nm . **RESULTS :** The linear range was 0 ~ 7.5μg/ ml($r = 0.9996$) . The recovery was 98.93 % ($n = 5$) . RSD was 1.12 % . **CONCLUSION :** The method is simple and accurate ,and may be used as the assay method of the capsules .

KEY WORDS Zishen capsules ,TLC ,paeonol ,derivative - spectrophotometry

滋肾胶囊由生地、牡丹皮、山药、黄柏、麦冬、枸杞子、白菊花、五味子、太子参、知母10味药经提取、加工而制成;具有清热凉血、滋阴生津之功用,用于各型急、慢性肾炎、原因不明性肾性尿血,表现为口干、低热等阴虚见证者。经多年的临床验证,其疗效确切。原镇江市医院制剂标准中只有性状及制剂通则检查项,为了进一步控制本品的质量,对方中臣药牡丹皮、枸杞子作了薄层鉴别,并用水蒸气蒸馏——一阶导数光谱法测定了其中有效成分丹皮酚的含量,方法稳定可靠,简便准确,重现性好,结果满意。

1 仪器与试药

UV - 265FW 分光光度计(日本岛津)。

丹皮酚对照品(中国药品生物制品检定所,批号:708 - 9003);枸杞子对照药材(镇江医药站,产地为宁夏,经检验符合中国药典1995年版一部规定);样品(镇江市润州区人民医院,批号分别为:970918、970623和961113);阴性对照样品A(缺牡丹皮)与阴性对照样品B(缺枸杞子)均为按缺味处方和规定工艺自制。

2 定性鉴别

2.1 牡丹皮的鉴别

2.1.1 供试液的制备:取本品内容物约4g,加乙醚20ml,浸渍1h,滤过,滤液挥去乙醚,残渣加丙酮2ml使溶解,作供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备:称取丹皮酚对照品适量,加丙酮溶解,制成每毫升含1.5mg的溶液,作对照品溶液。

2.1.3 阴性对照样品溶液的制备:称取阴性对照样品A约4g,按供试品溶液的制备方法,制成阴性对照样品溶液。

2.1.4 薄层色谱鉴别:吸取上述3种溶液各6μl,分别

点于同一硅胶G薄层板上(板厚约0.3mm),以氯仿-醋酸乙酯(3:1)为展开剂,展开,取出、晾干。喷以5%三氯化铁盐酸酸性乙醇溶液,热风吹至斑点清晰。供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上显一相同颜色的斑点(丹皮酚斑点先为紫红色,热风吹干,颜色逐渐加深);阴性对照样品则无此特征斑点(见图1)。

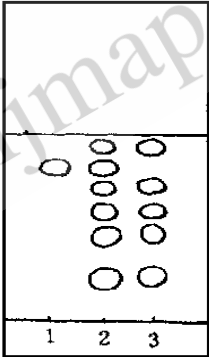


图1 牡丹皮的鉴别薄层色谱图

1 - 丹皮酚;2 - 供试品;3 - 阴性对照品(缺牡丹皮)

2.2 枸杞子的鉴别

2.2.1 供试液的制备:取本品内容物约8g,加氯仿40ml,浸渍过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿1ml使溶解,作供试品溶液。

2.2.2 对照药材溶液的制备:取枸杞子对照药材约2g,加氯仿20ml,按供试液的制备方法,制成枸杞子对照药材溶液。

2.2.3 阴性对照样品溶液的制备:称取阴性对照样品B约8g,加氯仿40ml,按供试液的制备方法,制成阴性对照样品溶液。

2.2.4 薄层色谱鉴别:吸取上述3种溶液各8μl,分别点于同一硅胶G薄层板上(板厚约0.3mm),以氯仿 -

甲醇-浓氨水(15:4:1)为展开剂,展开,取出,凉干。置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上显相同的浅蓝色荧光主斑点;阴性对照品则没有这些荧光特征斑点。

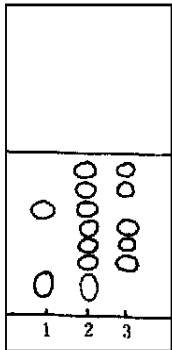


图2 枸杞子的鉴别薄层色谱图

1 - 枸杞子;2 - 供试品;3 - 阴性对照品(缺枸杞子)

3 含量测定

3.1 对照品溶液的制备

称取丹皮酚对照品(置以变色硅胶为干燥剂的干燥器中干燥72h)约25mg,精密称定,置50ml量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用(I液)。精密量取I液1.0ml,置100ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.2 样品及阴性对照品溶液的制备

称取本品内容物及阴性对照样品A各1g,精密称定,加无水乙醇2ml及少量的水,混匀,进行水蒸气蒸馏,收集馏出液约450ml,加水稀释成500ml,摇匀,即得。

3.3 测定条件

吸收光谱扫描范围250~290nm,狭缝1nm,扫描速度快速。

一阶导数光谱波长范围250~290nm,狭缝1nm,扫描速度快速,求导波长间隔1nm。

3.4 对照品、样品、阴性对照样品溶液的紫外光谱与一阶导数光谱

取上述3种溶液分别测定其紫外吸收光谱和一阶导数光谱,得其零阶、一阶光谱图(见图3,4)。

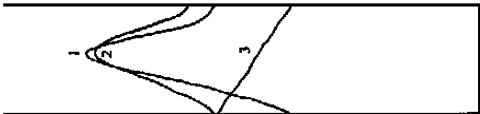


图3 紫外吸收光谱图

1 - 丹皮酚;2 - 供试品;3 - 阴性对照品(缺牡丹皮)

由图3可见,样品、对照品溶液在274nm波长处有最大吸收,阴性对照样品溶液在此波长范围内为近乎

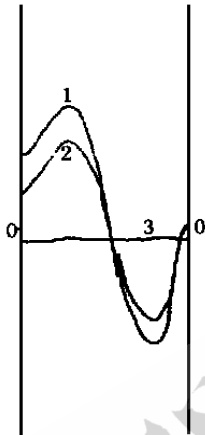


图4 一阶导数光谱图

1 - 丹皮酚;2 - 供试品;3 - 阴性对照品(缺牡丹皮)

一斜直线;由图4可见,阴性对照样品溶液在此波长范围内的一阶导数光谱为一近似平行于零线的直线,并且其一阶导数值接近零。样品、对照品溶液中丹皮酚峰、谷所在的中间波长分别为262和282nm。

3.5 标准曲线

精密吸取对照品溶液(I液)0.0,0.3,0.6,0.9,1.2和1.5ml,分别置100ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,在250~290nm波长范围内测定一阶导数光谱,测出其峰-谷之间的振幅值作纵坐标,以浓度为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程,证明丹皮酚在0~7.5μg/ml间呈良好的线性关系,回归方程为 $A = 3.3333 \times 10^{-3} + 3.7909 \times 10^{-2}C$, $r = 0.9996$ ($n = 6$)。

3.6 样品测定

取样品20粒,除去外壳,将其内容物混匀,取约1g,精密称定,以下按3.2项下“加无水乙醇2ml...摇匀,即得。”操作,制成样品溶液,在250~290nm波长范围内测定一阶导数光谱,测出其峰-谷之间振幅值,根据标准曲线计算出丹皮酚的含量,即得。结果见表1。

表1 样品中丹皮酚的含量($n = 3$)

批号	平均含量 $\bar{x}$ (%)	RSD (%)
970918	0.149	2.32
970623	0.157	2.24
961113	0.139	2.16

3.7 回收率试验:采用加样回收率法,取批号为970918的已知含量的样品约0.5g,精密称定,精密加入2ml上述对照品I液,按上述样品测定方法测定,计算回收率,结果见表2。

3.8 稳定性试验

取样品溶液,每隔20min扫描一次,吸收值测定表明,丹皮酚至少在2h内稳定。

表 2 回收率测定

样品号	回收值(mg)	回收率(%)	$\bar{x}$ (%)	RSD(%)
1	0.9759	97.36	98.93	1.12
2	1.0054	100.30		
3	0.9848	98.24		
4	0.9956	99.32		
5	0.9968	99.44		

注:加入丹皮酚对照品的量均为 1.0024mg

4 讨 论

4.1 本文所采用的薄层定性与含量测定方法同样适用于同处方、同工艺制成的滋肾片。

4.2 在牡丹皮的薄层鉴别试验中,曾选用环己烷-醋

酸乙酯(3:1)作展开剂,结果丹皮酚斑点与其上面一个斑点几乎重合,易引起对结果的误判。

4.3 含量测定中加无水乙醇 2ml 的目的是使乙醇先被蒸馏出来,湿润一下冷凝管壁,以防最初被蒸馏出来的丹皮酚集在冷凝管壁上,造成样品的含量下降。曾采用不同产地的饮片制成 4 批阴性对照样品 A,按正文中的条件进行提取、测试,其一阶导数光谱均为一近似平行于零线的直线。

4.4 曾试用以梓醇为对照品,对方中生地进行薄层鉴别,因样品中梓醇含量较低,检不出斑点,处方中生地的鉴别有待于进一步研究。

收稿日期:1998 - 07 - 23