

粘膜红润光滑, 随访 3 个月无渗、出血为痊愈; 6 d 糜烂面缩小超出 50% 且无出血为显效; 6 d 糜烂面缩小低于 50% 但出血减轻为有效; 6 d 糜烂面出血均基本无变化为无效。

3.4 治疗结果 以痊愈、显效和有效之和计算总有效率, 由表 1 可见治疗组总有效率极显著高于对照组 ($P < 0.01$)。

表 1 药膜治疗鼻中隔黎氏区糜烂性出血结果

组别	总例数	痊愈	显效	有效	无效	总有效率/%
治疗组	108	81	20	7	0	100
对照组	60	0	1	11	48	20

经统计学分析 χ^2 检验 $P < 0.01$

4 讨论

本药为双层药膜。内层比外层溶解快, 粘附性强, 可使药物尽快发挥药效, 且溶化后在外层的保护下牢固地粘附在创面上从而保证治疗药物在局部药效持久。

处方中诸药合理配伍对止血消炎, 消肿止痛、收敛生肌起到互补作用, 对于溃疡面的修复、止血及预防再次出血有独到之处, 经临床使用表明, 该药膜粘附性强, 见效快, 维持时间长, 疗效短, 疗效显著 ($P < 0.01$), 治愈 108 例鼻腔糜烂出血未见不良反应, 值得临床推广。

对于患鼻窦炎的患者因鼻腔内不断有脓性分泌物外流而影响鼻中隔糜烂的愈合, 故应先治疗鼻窦炎, 待好转后, 再用药膜。个别患儿鼻中隔前下部皮肤和粘膜交界处有较大血管暴露, 若血管破裂出血应先用油纱条填塞或腐蚀剂将出血止住再用药膜。若只是糜烂可用药膜贴敷, 治愈好糜烂后再用腐蚀剂将暴露血管处理好以免再次出血。

参考文献:

- [1] 李恩, 刘英奇, 王士昌, 等. 临床医学问答(下册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1980. 547
- [2] 中国药典 [S]. 二部 1995. 附录 13
- [3] 中国药典 [S]. 二部 1995. 附录 10

致谢 本文承蒙樊德厚教授指导, 特此致谢。

[收稿日期] 2000-01-05

小儿健脾口服液质量标准的制定

冯汉鸽¹, 张洪², 马卓¹ (1. 湖北中医学院附属医院, 湖北武汉 430061; 2. 湖北省药品检验所, 湖北武汉 430064)

[摘要] 目的: 制定小儿健脾口服液的质量标准。方法: 采用 TLC 法对方中白术、山楂、枸杞进行了鉴别试验; 用薄层扫描法对方中主药黄芪的有效成份黄芪甲苷的含量进行了测定。结果: 薄层鉴别结果显示供试品色谱与对照药材色谱在相应的位置上, 显相同颜色斑点; 薄层扫描测定结果显示黄芪甲苷在 1.04~15.60 μg 范围内呈良好的线性关系 ($r = 0.9995$), 平均回收率 96.7% ($RSD = 1.1\%$, $n = 5$)。结论: 本法准确, 灵敏, 重现性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

[关键词] 小儿健脾口服液; 薄层鉴别; 黄芪甲苷; 薄层扫描法

[中图分类号] R944.1 [文献标识码] A [文章编号] 1001-5213(2001)01-0055(02)

小儿健脾口服液系由 9 味中药组成的复方制剂。处方为: 黄芪 200 g, 白术 150 g, 山楂 150 g, 枸杞 150 g, 山药 150

g, 麦芽 150 g, 谷芽 100 g, 北沙参 150 g, 石菖蒲 100 g, 制成 1000 ml。具有补益脾胃、消食和中等功效。对治疗小儿脾虚厌食、消化不良等症有较好的疗效。为控制其质量, 笔者对方中主要药味白术、山楂、枸杞进行了薄层鉴别, 对方中主药黄芪进行了定量分析, 现报道如下。

1 仪器与试药

CS-930 型薄层扫描仪; U-235 积分仪; CAMAG 薄层自动涂布仪(日本岛津); 薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂); 白术、山楂、枸杞对照药材, 黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所); 小儿健脾口服液(自制); 所用试剂均为分析纯。

2 薄层定性鉴别

2.1 白术、山楂的鉴别 取样品液 40 ml, 加乙醚 50 ml 超声处理 30 min, 分取乙醚液, 加乙醚萃取 2 次, 每次 30 ml, 合并提取液, 浓缩至 1 ml 作为供试品溶液。另取白术对照药材 5 g, 加乙醚 50 ml, 超声处理 30 min, 乙醚液浓缩至 1 ml 作为白术对照药材液; 再取山楂对照药材 5 g, 加水煎煮 1 h, 滤过, 滤液加乙醚 30 ml, 超声处理 30 min, 分取乙醚液, 浓缩至 1 ml 作为山楂对照药材液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年一部附录 VIB)试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μl , 分别点于同一块硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-氯仿-醋酸乙酯(20:5:8)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘约 5 min, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与白术对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。日光下检视, 供试品色谱, 在与山楂对照药材色谱相对应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。

2.2 枸杞的鉴别^[1] 取样品液 10 ml, 加醋酸乙酯 30 ml, 超声提取 30 min, 提取液浓缩至 1 ml 作为供试品溶液。另取枸杞对照药材 5 g, 加醋酸乙酯 30 ml 超声提取 30 min, 提取液浓缩至 1 ml 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年一部附录 VIB)试验, 吸取上述供试品溶液及对照药材溶液各 5 μl , 分别点于同一硅胶 GF254 薄层板上, 以甲苯-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(4:3:0.8:0.2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。

3 含量测定^[2]

3.1 实验条件 薄层板 0.4% 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 板, 自动铺板, 厚度 0.5 mm, 105 $^{\circ}\text{C}$ 活化 1 h, 置于干燥器中备用。以单波长扫描, $\lambda_s = 520 \text{ nm}$, $S_x = 3$, 狭缝 1.25 mm \times 1.25 mm, 反射法锯齿扫描。展开剂: 氯仿-醇水(65:35:10), 置冰箱中静置过夜, 取下层溶液。显色剂: 10% 硫酸乙醇溶液, 喷雾后 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘约 7 min, 斑点呈紫红色时取出, 盖上玻璃板, 测定。

3.2 方法及结果

3.2.1 标准曲线的制备 精密称取黄芪甲苷对照品, 加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 精密吸取对照品溶液 1, 3, 5, 7, 9, 10, 12 μl , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以上述条件展开, 扫描测定。以点样量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线。求得回归方程为: $Y = 5327.8949 X - 6.8816$ $r = 0.9995$ 。表明黄芪甲苷在 1.04~15.60 μg 范围内呈良好的线性关系。

3.2.2 样品测定 精密吸取本品 20 ml, 加乙醚 10 ml 弃去醚液, 药液加氯仿-正丁醇(2:1)振摇提取 3 次, 每次 15 ml, 合并提取液, 蒸干, 加 2% 氢氧化钾-甲醇溶液 50 ml 回流提

取 1 h 提取液蒸干, 残渣加水 10 ml 使溶, 加氯仿-正丁醇(2:1) 振摇提取 3 次, 每次 15 ml 合并提取液, 蒸干, 残渣精密加甲醇 2 ml 使溶解, 作为供试品溶液。

吸取供试品溶液 10 μl, 对照品溶液 1 μl 与 10 μl 分别点于同一块含 0.4% 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 展开, 扫描测定。计算样品中黄芪甲苷含量。结果见表 1。

表 1 样品测定结果 (mg·ml⁻¹)

批号	黄芪甲苷含量/%	批号	黄芪甲苷含量/%
950406	4.2	970301	6.4
960801	5.2	970302	6.6
960802	8.1	970303	6.1
960803	6.2	970701	9.0

本品含黄芪按黄芪甲苷(C₄₁H₆₈O₁₄) 计算, 不得少于 4.2%(mg·ml⁻¹)。

3.2.3 加样回收试验 在已知被测成分含量的供试品中, 精密加入黄芪甲苷对照品, 按上述色谱条件测定, 计算回收率, 平均回收率为 96.7% RSD=1.1%(n=5)。

3.2.4 稳定性试验 精密吸取一定量黄芪甲苷对照品溶液点于薄层板上, 展开, 显色, 测定。每隔 30 min 测定一次, 结果在 3 h 内测定稳定性, RSD=2.2%。

3.2.5 精密度试验 精密吸取对照溶液, 按上述色谱条件, 对同一薄层板 5 个同量斑点进行测定, 结果 RSD=2.2%。

4 讨论

黄芪为小儿健脾口服液中重要成分, 其主含黄芪甲苷, 曾用水饱和正丁醇萃取, 上氧化铝柱, 结果背景干扰大, 不宜测定。经用本法纯化后可得到清晰的层析图谱, 便于测定, 结果满意。

据报道黄芪药材中的黄芪甲苷受诸多因素的影响, 其含量幅度有较大波动。其含量与药材的新鲜程度密切相关, 久置药材含量明显降低。曾对购入 7 批药材进行测定, 结果当选用含量为 0.04%(g·g⁻¹) (符合 1995 年药典一部规定) 以上的黄芪投料, 其相应的制剂中含量在 4.2%(mg·ml⁻¹) 以上, 当药材含量低于 0.04%(g·g⁻¹) 时, 其制剂含量均在 4.2%(mg·ml⁻¹) 以下, 参照药典, 本制剂规定黄芪药材中含黄芪甲苷不得少于 0.04%(g·g⁻¹)。所测 2 批药材含量低于标准, 故不得投料。

该口服液中白术、山楂、枸杞的鉴别, 方法灵敏, 重现性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

参考文献:

[1] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京, 中国医药科技出版社, 1994, 303
 [2] 苏健, 王宝琴, 王广才. 归经合剂及其主药黄芪的检验方法研究[J]. 中国中药杂志, 1994, 19(3): 158

[收稿日期] 2000-03-01

理气复胃口服液的制备及疗效观察

童荣生, 胡远, 吴正中, 吴齐贤, 孙世明 (四川省人民医院, 四川 成都 610071)

[摘要] 目的: 制备理气复胃口服液并观察其临床疗效。方

法: 用水蒸汽蒸馏法和水煎醇沉法制备理气复胃口服液, 用 TLC 法鉴别了方中的木香、枳实、白术, 用 HPLC 法测定制剂中的大黄素含量。结果: 大黄素的进样量在 0.004~0.040 μg 范围内, 与其峰面积有良好的线性关系 (r=0.9999), 加样回收率为 96.5%, RSD 为 0.95%。本品对上腹腹胀的有效率为 94.7%, 对早饱、嗝气的有效率为 75.8%。结论: 理气复胃口服液的制备工艺合理、质量可控、疗效显著。

[关键词] TLC; HPLC; 大黄素; 功能性消化不良; 理气复胃口服液

[中图分类号] R944.1⁺2 [文献标识码] A [文章编号] 1001-5213(2001)01-0056(02)

理气复胃口服液是根据中医药理论, 结合多年临床经验组成的纯中药复方制剂。临床治疗功能性消化不良及外科手术后肠蠕动的恢复已 20 余年, 疗效较好。本文建立了其质量控制方法并对临床疗效进行了初步观察, 报道如下。

1 仪器与试剂

Alliance 高效液相色谱仪; 2690 分离单元, 996 二级管阵列检测器, 2010 数据管理系统(美国 Waters 公司); 十万分之一电子天平(西德 Sartorius); pH-S-3C 型酸度计(上海雷磁仪器厂)。

硅胶 G 和 H(青岛海洋化工厂), 大黄素、辛弗林对照品以及木香、白术对照药材(由中国药品生物制品检定所提供), 试剂均为分析纯, 理气复胃口服液(本院自制)。

2 处方与制备

2.1 处方 木香 250 g, 大黄 83 g, 枳实 167 g, 白术 167 g, 法夏 167 g, 莱菔子 167 g, 聚山梨酯 6 g, 制成 1000 ml。

2.2 制备工艺 取木香、枳实、白术加水蒸馏, 收集蒸馏液约 500 ml, 加入聚山梨酯 6 g, 保存备用。药渣再与其余药物一起加水煎煮 3 次, 第 1 次加水 10 倍量, 煎煮 1 h; 第 2 次和第 3 次分别加水 5 倍量, 煎煮 0.5 h。合并煎液, 滤过, 滤液减压浓缩至相对密度 1.15(60℃), 加入乙醇至含醇 75%, 静置, 滤过, 回收乙醇并浓缩至约 400 ml, 与上述蒸馏液混匀, 调节 pH 值至 5.5~6.5, 加水至 1000 ml 灌封, 灭菌, 即得。

3 质量控制

3.1 检查 本品的 pH 值应为 5.0~7.0, 相对密度不低于 1.03, 装量应符合药典规定。

3.2 含量测定

3.2.1 色谱条件 Alltima C₁₈ 柱(5 μm, 4.6 mm×250 mm), 柱温 30℃, 流动相: 甲醇-0.05% H₃PO₄(pH 2.30)=88:12 流速 1.0 ml·min⁻¹, 检测波长: 289 nm。在此条件下, 大黄素与其它组分的色谱峰达到基线分离, 空白无干扰, 见图 1。

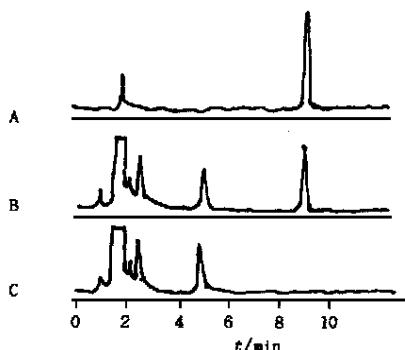


图 1 大黄素的 HPLC 测定色谱图(A: 对照品溶液; B: 供试品液; C: 空白样品液)