

燥,整粒,包装即得。

1.3 特点:①采用了微粉技术,使药物的细胞破壁,从而使药物的有效成分更容易且完全溶解以及被人体吸收,提高了疗效②采用了动态温浸技术使黄芪多糖等大分子水溶性成分充分溶出,由于提取温度降低,淀粉、鞣质等杂质较少被溶解出来③用乳糖作赋形剂增加成品的稳定性。乳糖易溶于水,露置空气中无变化,无吸湿性,与大多数药物不起化学作用。

2 剂型改革前后的疗效对比

2.1 临床诊断标准:①有效:表现症状头晕、头痛消失,胆固醇 < 6.00 ,甘油三酯 < 1.70 ,血浆粘度 < 1.50 ②无效:未达上述标准

2.2 临床疗效结果对比:病例选择在相似原则的基础上,治疗期为半年。见表 1

表 1 临床对比结果

	典型病例	有效(例)	无效(例)	有效率(%)
胶囊剂	82	61	21	75
冲服剂	66	59	7	90

3 质量标准

3.1 性状:本品为棕色颗粒,气微香,味微苦。

3.2 含量测定:①黄芪甲苷的测定:CS-930薄层扫描结果 $\geq 0.10\%$ 。②山茱萸中熊果酸的测定:薄层限量法 结果含量 $\geq 0.05\%$ 。③天麻中天麻素及苷元的测定:CS-930扫描结果:含量 $\geq 0.12\%$;天麻苷元含量 $\geq 0.34\%$ 。

4 小结

本方黄芪为主药,现代药理研究证明黄芪多糖对人体有免疫调节作用,而脑血管类疾病患者多为老年人,免疫力及物质代谢能力都有所下降,因此黄芪多糖在本方中起重要作用。而天麻、全蝎采用微粉工艺提高了其生物利用度,从而使本方的疗效通过剂型改革后有了明显的提高。

参考文献

- 1 黄乔书,吕归宝,李雅臣,等.药学报,1982,17(3):200
- 2 杜志德,来玉梅.中草药,1988,19(9):40
- 3 陈发奎主编.常用中草药有效成分含量测定.北京:人民出版社,1997

(2000-04-09收稿)

阑尾炎I 号口服液的制备及质控

天津市第二中心医院(30012) 王守愚 范津玲

阑尾炎I 号口服液是由 10味中药组成的中药复方制剂,具有通里攻下、清热解毒、活血祛瘀的功效,主治急性慢性阑尾炎及穿孔造成弥漫性腹膜炎。经本院多年应用,有效率达 100%。为确保本品内在质量,我们进行了制备工艺研究,9味药的薄层鉴别,采用 CS-930型薄层扫描仪测定了制剂中总大黄的含量。

1 仪器与试剂

CS-930型薄层扫描仪(日本岛津)微量进样器(宁波市镇海玻璃仪器厂)薄层层析用硅胶 G 高效硅胶薄层板(青岛海洋化工厂)大黄素、黄芩苷对照品及大黄、金银花、木香、当归、厚朴、延胡索对照药材(中国药品生物制品检定所)其它药材购自天津市中药集团公司。所用试剂均为分析纯。阑尾炎I 号口服液(天津市第二中心医院)。

2 制备工艺

取大黄粗粉,照中华人民共和国药典(1995版一部,附录 10. 项下)的渗漉法,用 60%乙醇作溶剂,浸渍 24 h,再以 1~3 mL/min 的速度渗漉,渗

漉至渗漉液色淡为止。其它药味加 8倍量水,加热至 60℃,保温浸渍 30 min,100℃煎煮 2次,每次分别为 1 h、30 min,同时收集蒸馏液适量备用。合并煎液,滤过,浓缩至 60℃,测定相对密度为 1.2±0.05,加 95%乙醇使含醇量达 50%,搅拌,放置 24 h,滤过,滤液与大黄渗漉液合并,回收乙醇,加入蒸馏液,加水至全量,滤过,灌封,100℃流通蒸气灭菌 30 min。

3 薄层鉴别

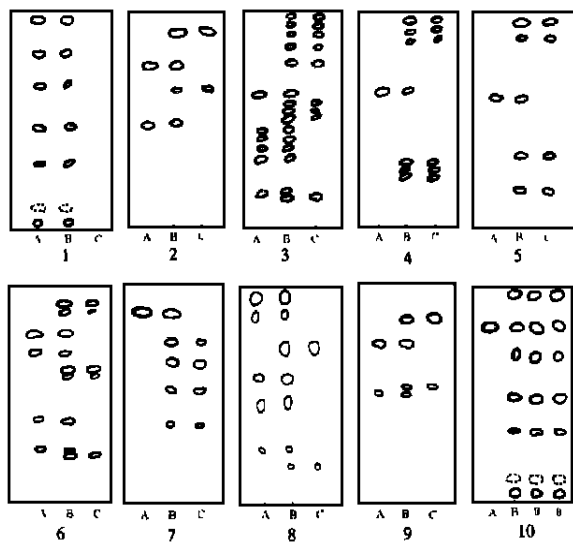
3.1 大黄的鉴别:取成品 20 mL,按制剂中总大黄的含量测定的方法制备,为成品供试液。取大黄对照药材 0.3 g,加甲醇 20 mL浸渍 1 h,滤过,蒸干,残渣加水 20 mL溶解,再按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制成阴性对照液。以上 3液各取 2μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-甲酸乙酯-乙酸乙酯-甲酸(20:7:2:0.5)展开,紫外光灯(365 nm)下检视。见图 1-1

3.2 当归的鉴别:取成品 20 mL,加水 20 mL,水蒸汽蒸馏,收集蒸馏液 20 mL,加乙醚萃取 2次,每次

10 mL,合并乙醚层,挥干,加甲醇 1 mL溶解,为成品供试液。取当归对照药材 2 g,加水 50 mL,水蒸汽蒸馏,收集馏液 20 mL,按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60℃~90℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)上层展开,置紫外光灯(365 nm)下检视,见图 1-2

3.3 金银花的鉴别:取成品 20 mL,水浴蒸干,残渣加乙醇 10 mL溶解,滤过,水浴蒸干,残渣加乙醇 2 mL溶解,为成品供试液。取金银花对照药材 2 g,加水 50 mL,水浴回流 1 h,滤过,再按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液。分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸丁酯-甲酸-水(7:3:4)上层展开,紫外光灯(365 nm)下检视,见图 1-3

3.4 蒲公英的鉴别:取成品 20 mL,加氯仿萃取 2 次,每次 15 mL,合并氯仿层,滤过,蒸干,残渣加乙醇 1 mL溶解,为成品供试液。取蒲公英粗粉 1 g,加水 50 mL,水浴回流 2 h,滤过,再按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液。取以上 3 液各 2 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸丁酯-甲酸-水(7:4:3)上层展开,紫外光灯(365 nm)下检视,见图 1-4



A 阳性或对照药材液 B 成品供试液 C 阴性对照液

图 1 样品薄层鉴别图

3.5 黄芩的鉴别:取成品 20 mL,加乙醚萃取 2 次,每次 20 mL,弃去醚层,加聚酰胺 2 g,摇匀,放置 2 h,滤取聚酰胺,用乙醚洗涤至醚液无色,挥尽乙醚,水洗 2 次,每次 20 mL,合并洗涤液,滤过,水浴蒸干,加甲醇 1 mL溶解,为成品供试液。取黄芩苷对照品,加甲醇制成 1 mg/mL 的阳性对照液。同法制

备阴性对照液。分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(7:5:1:1)上层展开,喷 2% 三氯化铁乙醇液显色,见图 1-5

3.6 厚朴的鉴别:取成品 20 mL,加乙醚萃取 2 次,每次 20 mL,合并乙醚液,挥干乙醚,残渣加乙醚 1 mL溶解,为成品供试液。取厚朴 1 g,加水 50 mL,水浴回流 1 h,滤过,再按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液。取以上 3 液各 1 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-甲醇(27:1)展开,喷 1% 香草醛硫酸溶液,100℃烘烤 5 min,见图 1-6

3.7 木香的鉴别:取成品 20 mL,加乙醚萃取 2 次,每次 10 mL,合并醚层,加 1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次,每次 10 mL,取醚层挥发至 1 mL,为成品供试液。取木香对照药材 1 g,加乙醚 20 mL,浸渍 4 h,滤过,挥发至 1 mL,为药材对照液。同法制备阴性对照液。取以上 3 液各 1 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-甲醇(9:4:2)展开,喷 1% 香草醛硫酸溶液,100℃烘烤 5 min,见图 1-7

3.8 延胡索的鉴别:取成品 20 mL 蒸干,加氨水 20 mL 溶解,加氯化钠 5 g,以氯仿萃取 3 次,每次 15 mL,合并氯仿层蒸干,残渣加乙醇 1 mL,加水 50 mL,水浴回流 1 h,滤过,浓缩至 10 mL,加 95% 乙醇 10 mL,搅拌,静置 12 h,滤过,蒸干,按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液。取 3 液各 1 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)上层展开,置碘蒸气中熏数秒钟后置紫外光灯(365 nm)下检视,见图 1-8

3.9 川楝子的鉴别:取成品 20 mL,加乙醚 10 mL,振摇,弃去醚层,加正丁醇萃取 2 次,每次 10 mL,合并正丁醇液,蒸干,残渣加正丁醇 1 mL 溶解,为成品供试液。取川楝子粗粉 1 g,加水 50 mL,水浴回流 1 h,滤过,浓缩至 20 mL,加 95% 乙醇 20 mL,搅拌,静置 12 h,滤过,除醇,再按成品供试液方法制备,为药材对照液。同法制备阴性对照液。取以上 3 液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲苯(1:1:0.5)展开,紫外光灯(365 nm)下检视,见图 1-9

4 大黄素的含量测定

4.1 回归方程的建立:精密称取大黄素 9.6 mg,以甲醇定容至 10 mL 容量瓶中,使之成 0.96 mg/mL 的标准溶液,梯度取样点于同一块高效硅胶薄层板上(20 cm×10 cm),以苯-甲酸乙酯-乙酸乙酯-甲酸(20:7.0:0.2:0.05)为展开剂,倾斜上行展开。以

CS-930型薄扫描仪扫描, $\lambda_s = 439 \text{ nm}$, $\lambda_R = 550 \text{ nm}$, $S_x = 3$, 狭缝 $1.2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$, 灵敏度 $\times 1$, 根据大黄酒浓度与峰面积积分值, 计算得标准方程 $A = 0.0411 + 0.7931C$ ($r = 0.997$), 大黄酒浓度在 4.8 mg 以下与峰面积呈较好的线性关系。

4.2 样品中总大黄的测定: 精密量取口服液 20 mL , 加 6 mol/L 硫酸 10 mL , 氯仿 30 mL , 水浴回流 4 h , 转移至分液漏斗中, 分取氯仿层, 水层以氯仿萃取 4 次 ($20, 20, 10, 10 \text{ mL}$), 合并氯仿液, 以蒸馏水洗至中性, 无水硫酸钠脱水, 回收氯仿至干, 以甲醇定容于 10 mL 容量瓶中, 于高效硅胶薄层板上点样 $4 \mu\text{L}$, 大黄酒对照液 (0.96 mg/mL) $2 \mu\text{L}$, 展开条件同回归方程项, 结果见图 1-10, 3 批样品中总大黄的含量见表 1。

表 1 3 批口服液中总大黄酒测定结果

批 号	960903	970120	971209	$\bar{x}$	$RSD\%$
含量 (毫克/皮)	3.401	3.287 1	3.365 4	3.351 2	1.74

4.3 回收率实验: 于高效硅胶薄层板上点样品 2

μL , 间隔点对照品 $1 \mu\text{L}$, 以含量测定项下展开, 扫描, 结果回收率为 96.6% , $RSD = 1.86\%$ ($n = 6$)。

5 稳定性实验

本品原包装, 室温, 湿度 $40\% \sim 60\%$, 保存 $0 \sim 25$ 个月, 外观除 $20 \sim 25$ 个月的样品沉淀增多, 不易摇散外, 其余样品无变化, 按前给出的方法进行鉴别及大黄的含量测定, 均在合格范围。

6 讨论

6.1 蒽醌类对热不稳定, 所以大黄采用渗漉法提取, 收集蒸馏液可避免挥发性成分损失。

6.2 本品经鉴别、大黄酒含量测定及稳定性实验, 认为制备工艺合理, 质量控制方法可靠, 成品质量较稳定。

6.3 本方中各味药均为药典品种。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国药典·一部·北京: 人民卫生出版社, 1995 617
- 2 郝淑清, 王汝龙, 何丽一. 中草药, 1984, 15(2): 17

(1999-12-20 收稿)

盐酸小檗碱栓的研制

昆明市延安医院 (650051) 李仲昆*

王崇静 尹为民 王 珩 李 冰

婴幼儿感染性腹泻是儿科常见疾病, 口服及注射给药幼儿不易接受或剂量不够准确。为此我们研制了盐酸小檗碱栓, 共治疗小儿感染性腹泻 31 例, 取得良好疗效。现报道如下。

1 仪器与试药

UV-2401-PC 紫外分光光度计; 盐酸小檗碱对照品 (中国药品生物制品检定所); 所用试剂均为分析纯。

2 处方及制备

2.1 处方: 盐酸小檗碱 10 g , 半合成脂肪酸酯适量, 制成 100 粒。

2.2 制法: 将半合成脂肪酸酯加热熔化后加入盐酸小檗碱, 混匀, 倒入栓模中, 冷却后取出即得。

3 质量标准

3.1 性状: 本品为棕黄色弹形栓剂。

3.2 鉴别^[1]: 取栓 1 粒, 加水 10 mL , 缓缓加热使溶解, 充分振摇后过滤, 照下法试验。

3.2.1 取滤液 5 mL , 加氢氧化钠试液 2 滴, 呈橙红色, 放冷, 加丙酮 4 滴, 即发生浑浊, 放置后, 生成黄色沉淀; 取上清液加丙酮 1 滴, 如仍发生浑浊, 再加丙酮适量使沉淀完全, 滤过, 滤液呈氯化物的鉴别反应。

3.2.2 取滤液 0.5 mL , 加稀盐酸 2 mL , 搅拌, 加漂白粉少量, 即显樱红色。

3.2.3 取滤液 0.2 mL , 置白瓷皿中, 加硫酸 1 mL 溶解后, 加 5% 没食子酸的乙醇溶液 3 滴, 置水浴上加热, 即显翠绿色。

3.3 检查^[2]

3.3.1 重量差异: 取栓剂 10 粒, 精密称定总重量, 求得平均粒重为 0.57 g , 重量差异限度为 $\pm 10\%$ 。再分别精密称定每粒栓的重量, 结果均在限度内, 符合中华人民共和国药典规定^[1]。

3.3.2 融变时限: 照融变时限检查法 (中华人民共和国药典) 检查, 结果 30 min 内 3 粒栓在触压时均无硬心, 符合药典规定^[2]。

* 李仲昆, 女, 33 岁, 副主任医师, 1989 年毕业于华西医科大学药学院药学专业, 获学士学位。现在延安医院工作, 研究方向主要为新剂型研究及临床药物评价等, 曾获省科技进步三等奖 1 项 (第二名), 省卫生厅科技进步三等奖 1 项 (第二名), 市科技进步二等 1 项 (第 5 名), 在国家级杂志上发表论文 8 篇, 会议交流论文 30 余篇。