

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 $\times 1$, 根据大黄素浓度与峰面积积分值, 计算得标准方程 $A = 0.0411 + 0.7931C$ ($r = 0.997$), 大黄素浓度在 4.8 mg 以下与峰面积呈较好的线性关系。

4.2 样品中总大黄素的测定: 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 $4 \mu\text{L}$, 大黄素对照液 (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批样品中总大黄素的含量见表 1。

表 1 3批口服液中总大黄素测定结果

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素的含量测定, 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、大黄素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。

3.4 含量测定

3.4.1 标准储备液的配制:精密称取盐酸小檗碱对照品配制 $40 \mu\text{g/mL}$

3.4.2 标准曲线的制备:精密吸取储备液于 263 nm 处测定吸收度,回归方程为: $C(\mu\text{g/mL}) = 13.815A - 0.0018, r = 0.9999 (n = 6)$

3.4.3 样品测定:精密称取盐酸小檗碱栓 1 粒(空白栓操作相同),置 100 mL 容量瓶中,加沸水溶解,放冷,加水至刻度,过滤,取续滤液 1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,于 263 nm 处测定吸光度,代入回归方程计算含量。结果该栓含量为标示量的 101.22%, RSD 为 0.43% ($n = 5$)

3.4.4 回收率测定:在空白栓中加入一定量的盐酸小檗碱对照品测定,回收率平均值为 99.76%, RSD 为 1.63% ($n = 5$)

3.4.5 稳定性试验:将室温放置的样品于 0, 1, 3, 6 个月按照 3 项下进行检查,结果符合规定

4 临床观察

按照卫生部新药临床研究指导原则规定的诊断标准的纳入病例及排除病例标准,设立治疗组 31 例,对照组 30 例,用药前后对相关症状和体征、大便常规、细菌培养进行观察记录,按照 4 级临床疗效标

准进行判断。痊愈:大便次数及性状完全恢复正常,异常理化指标恢复正常。显效:大便次数明显减少(减少至治疗前的 1/3 或以下),性状好转,异常理化指标明显改善。有效:大便次数减少至治疗前的 1/2,性状好转,异常理化指标有所改善。无效:不符合以上标准者。

治疗组每天给药 3 次,每次肛门塞入盐酸小檗碱栓 1~2 枚,共给药 7 d;对照组每天给药 3 次,每次口服盐酸小檗碱片 1~2 粒(0.1 克/粒),共给药 7 d。结果治疗组痊愈率 87.1%,显效率 3.2%,有效率 6.5%,无效率 3.2%;对照组痊愈率 70%,显效率 10%,有效率 6.7%,无效率 13.3%。两组痊愈率有显著差异 ($P < 0.05$)。

5 讨论

6.1 盐酸小檗碱糖衣片的溶出速度较慢,不能很快发挥作用,因此目前常用其素片,但味道极苦。

6.2 将盐酸小檗碱制成栓剂后,可由家长将栓直接塞入肛门,剂量准确,使用方便。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·二部·1995: 259
- 2 中华人民共和国药典·二部·1995 附录 ID

(2000-03-08 收稿)

薄层扫描法测定不同生长年限白芍中芍药苷的含量

承德中药集团有限责任公司(067000) 张雪荣

白芍是毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。具有养血敛阴,柔肝止痛,平抑肝阳的功效。现市场上,许多细白芍的混入,使白芍的质量显著下降。我们以芍药苷为指标,对不同生长年限,不同粗细的白芍进行了含量测定,结果显示 3 年生以上、断面直径在 1 cm 以上的白芍含量显著提高。以此,可以更好地保证药材质量,保证成品疗效和芍药苷成分含量。

1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国),高效薄层硅胶 G 板(青岛海洋化工厂),白芍(安徽亳州),芍药苷(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为 AR 级。

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:取一年生白芍(较细,断面直径在 0.5 cm 以下),两年生白芍(断面直径在 0.5

~ 1.0 cm),3 年生以上白芍(断面直径多在 1 cm 以上),3 种规格白芍精密取样 1.0 g 加 50% 乙醇 20 mL,超声波处理 30 min 静置,上清液为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取芍药苷对照品,加 50% 乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 芍药苷的溶液,作为对照品溶液。

2.3 层析条件:吸附剂为硅胶 G;展开剂为氯仿-甲醇-水(30:10:1),展开,取出,晾干,喷 5% 香草醛浓硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰。

2.4 扫描条件:将层析显色后的斑点于 CS-930 薄层扫描仪上在可见区进行光谱扫描测定,芍药苷在 590 nm 处有最大吸收, $\lambda_s = 590 \text{ nm}$, $\lambda_R = 700 \text{ nm}$,反射锯齿线性扫描, $S_X = 5$, $\Delta Y = 0.1 \text{ mm}$ 。

2.5 线性范围考查:精密吸取上述芍药苷对照溶液,1, 2, 3, 4, 5 μL ,点于同一硅胶 G 薄层板上,按