

复方岩连片质量标准的研究

★ 邱思婕 (广东永正药业有限公司 广州 510600)

关键词: 复方岩连片; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中图分类号: TQ 460.7⁺2 **文献标识码:** B

复方岩连片是一种临床上用于治疗上呼吸道感染引起的感冒咳嗽, 急性支气管炎, 咽喉炎, 扁桃体炎等的复方制剂。由石吊兰、重楼、板蓝根、百部、杠板归五味中药组成, 具有清热解毒、化痰止咳的功效。笔者采用化学反应对百部进行鉴别, 采用薄层色谱法对重楼皂苷 I、重楼皂苷 II 进行鉴别, 选择处方中石吊兰的主要有效成分石吊兰素为指标, 采用高效液相色谱法对其进行定量测定。

1 仪器与试剂

仪器: BS124S 分析天平, 戴安 SUMMIT 液相色谱仪, TU-1901 双光束紫外可见分光光度计, CAMAG 薄层铺板器。

试剂: 甲醇(色谱纯)、重蒸水(自制), 其它均为分析纯。重楼皂苷 I 对照品(111590-200402)、重楼皂苷 II 对照品(111591-200402)、石吊兰素(111555-200101)均由中国药品生物制品检定所提供。

2 薄层鉴别

2.1 百部鉴别 取本品 5 片, 除去糖衣, 研碎, 加 70% 乙醇 50 mL, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸去乙醇, 残渣加浓氨试液调节 pH 值至 11, 再加氯仿 5 mL 振摇提取, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加 1% 盐酸溶液 5 mL 使溶解, 滤过。滤液分成两份: 一份中滴加碘化铋钾试液, 生成橙红色沉淀; 另一份中滴加硅钨酸试液, 生成乳白色沉淀。另取处方中除百部以外的药材, 按样品制备方法制成阴性样品, 按上述鉴别方法操作, 结果呈阴性, 表明阴性对照无干扰。

2.2 重楼皂苷 I、重楼皂苷 II 鉴别 取本品 5 片, 除去糖衣, 研碎, 加乙醇 10 mL, 加热回流 30 分钟, 滤过, 作为供试品溶液。再取重楼皂苷 I 对照品和重楼皂苷 II 对照品适量, 分别加甲醇制成每 1 mL 含 0.4 mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(15: 6: 1)的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置日光下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。另取处方中除重楼以外的药材, 按样品制备方法制成阴性样品, 按上述鉴别方法操作, 结果阴性色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上无斑点, 表明阴性对照无干扰。

3 含量测定

3.1 色谱条件 色谱柱: Dimensions C18 (250 $\times$ 4.6 mm)。柱温: 30 $^{\circ}$ C。流动相: 甲醇-水(75: 25, 含 1% 的冰醋酸)。检测波长: 330 nm。流速: 1.0 mL/min。理论塔板数按石吊兰素峰计算应不低于 3 000。

3.2 样品溶液的制备 (1) 对照品溶液: 精密称取石吊兰素对照品, 加甲醇制成每 1 mL 约含石吊兰素 20 μ g 的溶液, 摇匀, 即得; (2) 供试品溶液: 取本品 10 片, 研细, 称取约 0.8 g, 精密称定, 精密加入甲醇 20 mL, 回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加少量甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45 μ m) 滤过, 取续滤液, 即得。 (3) 阴性样品溶液: 取处方中除石吊兰以外的药材, 按样品制备方法制成阴性样品, 并按供试品制备方法制成阴性样品溶液。

3.3 测定方法 分别精密吸取阴性样品溶液、对照品溶液、供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。由色谱图可知, 在对照品色谱相应的位置上, 供试品溶液具有相同保留时间的色谱峰, 阴性样品在此峰位无吸收, 对本品中石吊兰素含量测定无干扰, 因此方法专属性良好。

3.4 线性范围考察 分别精密吸取 3.2 项下对照品溶液 10、15、20、25、30 μ L 进样, 测定石吊兰素的峰面积值, 以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 经计算得回归方程: $Y = 76.731X - 0.2932$, $r = 0.9999$ 结果表明: 石吊兰素在 0.20 mg ~ 0.60 mg 范围内, 线性关系良好。

3.5 稳定性考察 精密吸取 3.2 项下供试品溶液 20 μ L, 分别于 0、3、6、9、12 小时进样, 测定峰面积, 峰面积分别为: 267 6.12、265 0.75、262 2.77、260 1.90、261 8.98, $RSD = 1.11\%$ 。结果表明在 12 小时内样品溶液基本稳定, 稳定性良好。

3.6 精密度考察 精密吸取 3.2 项下对照品溶液 20 μ L, 重复进样 6 次, 测定峰面积, 峰面积分别为: 268 9.01、268 1.12、264 9.45、268 1.92、266 1.54、267 7.62, $RSD = 0.57\%$ 。结果说明进样精密度良好。

3.7 重复性考察 取同一批样品 6 份, 照 3.2 项下方法操作, 测得石吊兰素含量, 含量分别为: 0.085 7、0.086 9、0.085 1、0.085 6、0.084 2、0.085 9 mg/g, $RSD = 1.04\%$ 。结果说明进样重现性良好。

3.8 回收率考察 采用加样回收法, 取已知含量的样品

(0.22 mg/g)精密称取本品细粉 0.4 g,分别精密加入石吊兰素对照品溶液(0.10 mg/mL)1 mL,按含量测定方法进行测定,计算回收率。测定结果:本方法平均回收率为 99.2%, $RSD=1.28\%$ 。 $n=6$ 。

3.9 样品含量测定 按 3.2、3.3 项下操作,测定十批样品中石吊兰素的含量,其结果为:0.076、0.086、0.074、0.073、0.075、0.071、0.078、0.072、0.090、0.088 mg/片。根据测定结果,将本品含量限度定为每片含石吊兰素不得少于 0.06 mg。

4 讨论

对石吊兰素对照品溶液在 190~400 nm 波长范围内进行光谱扫描测定,结果最大吸收峰分别在 330 nm 和 284 nm 处,而在 284 nm 处阴性有干扰,故选择 330 nm 作为石吊兰素的检测波长。

分别采用甲醇-水、乙腈-水,甲醇-水(含 1% 的冰醋酸)作为流动相。结果表明,用甲醇-水(含 1% 的冰醋酸)作流动相,分离效果及峰形较好。

根据石吊兰素的理化性质,选择甲醇、乙醇、乙酸乙酯为溶媒,分别采用超声提取和回流提取。结果表明,以甲醇为溶媒,回流提取 1 小时效果较好。

参考文献

- [1] 中国药典 2005 年版一部[S]. 北京:化学工业出版社,2005. 88. 183
- [2] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂第九册[S]. 1994. 132
- [3] 张贵宁,刘淑英,林开中. 高效液相色谱测定风寒感冒胶囊中石吊兰素含量的研究[J]. 贵阳中医学院学报,2002,24(3):56~57 (收稿日期:2006-11-07)

湿润烧伤膏治疗疤痕疙瘩 86 例

★ 何云华 (浙江省瑞安市中医院中医外科 瑞安 325200)

关键词:湿润烧伤膏;疤痕疙瘩

中图分类号:R 289.5 文献标识码:B

疤痕疙瘩(Keloid)是有疤痕体质的人,经过外来刺激,使局部发生炎症反应,导致纤维化增生形成(以下简称疤痕)。随着疤痕的不断增生,渐渐地影响患者的美观与活动功能,本报道总共治疗 86 例,以单盲法分为 A、B 两组。现总结如下:

1 临床资料

本组 86 例均为门诊病例,男性 48 例,女性 36 例;年龄 7~38 岁,平均 28.38 岁;病程 4 个月~2.5 年,平均 1 年 3 个月。患者皆有不同程度的外伤、烧伤,或术后感染等病史。本组病例疤痕大小在 5 cm×2 cm 以上,局部组织坚硬,鲜红色,失去正常皮肤弹性。采用单盲随机法分为 2 组,治疗组 44 例,对照组 42 例,二组之间病情、病例、体质无明显差异,具有可比性。

2 治疗方法

所有病例均采用利多卡因局部麻醉后,行疤痕切除缝合术,切口愈合后观察 2~4 个月,如有明显疤痕增生者,在疤痕局部注射曲安奈得针,根据具体情况,半个月后重复注射,进行比对。

治疗组:在疤痕切除缝合术后,在切口上敷湿润烧伤膏,外盖无菌敷料,2 日换药 1 次,1 周后拆线。对照组:在疤痕切除缝合术后,不敷湿润烧伤膏,直接敷无菌敷料,2 日换药

1 次,1 周后拆线(两组之间除了湿润烧伤膏外,其他治疗用药均相同)。

3 治疗结果

治疗组临床治愈(疤痕切除后加局部注射半年后疤痕消失,与正常皮肤无明显差异,和正常人手术后创面一样)36 例,有效(经切除加注射治疗后,疤痕基本消失,局部稍有浅红色细条状增生,有改善美观与活动功能)6 例,无效(经疤痕切除加注射治疗后疤痕面积缩小不到 40%,对美观与活动功能没有明显改善)2 例。对照组治愈 25 例、有效 11 例、无效 6 例。经统计学处理 $\chi^2=1.40$, $P<0.01$,两组有显著性差异,治疗组优于对照组。

4 体会

因疤痕红肿痒痛、功能障碍、影响美观,夏天局部起水疱等,给患者带来痛苦,因此患者迫切需要治疗。湿润烧伤膏具有减轻损伤、促进愈合、减少疤痕等作用,经我们科室在近 2 年多的临床治疗中充分体会到该药膏的优点,与对照组相比,换药时因敷了软膏疼痛减轻,创面愈合加快,更重要的是术后疤痕增生明显减少,该药膏使用安全、方便,无毒副作用,疗效满意。

(收稿日期:2006-12-19)