

纯;水为去离子水,其它试剂均为分析纯。鼻渊舒口服液由成都华神集团股份有限公司制药厂生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Hypersil ODS 柱 (5 μ m, 250mm \times 4.6mm); 流动相: 乙腈-四氢呋喃-水 (35: 2: 63); 流速: 1ml/min; 检测波长: 278nm。

2.2 溶液的制备 对照品溶液的制备: 精密称取木兰脂素对照品 5mg, 置 100mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液 (浓度 0.05mg/mL)。

供试品溶液的制备: 取本品 10 支, 精密吸取 100mL, 至真空干燥箱中蒸干溶剂, 将干燥品转移至具塞锥形瓶中, 精密加入乙酸乙酯 20mL, 称定重量, 浸泡 30min 后, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用乙酸乙酯补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 3mL, 加至一中性氧化铝柱 (100~200 目, 2g, 内径 9mm, 湿法装柱, 用乙酸乙酯 5mL 预洗) 上, 用乙酸乙酯 20mL, 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 加甲醇转移至 25mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

阴性样品溶液: 按供试品溶液制备方法制备不含辛夷的阴性样品溶液。

2.3 系统适应性实验 分别吸取对照品溶液 10 μ L, 供试品溶液、阴性样品溶液各 20 μ L, 注入高效液相色谱仪测定。理论板数以木兰脂素峰计算为 12500, 阴性样品图谱中在与对照品色谱相应位置处无干扰。

2.4 线性关系考察 精密吸取木兰脂素对照品溶液 (0.05mg/mL) 2, 6, 10, 16, 22 μ L, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以进样量 (μ g) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 作线性回归, 回归方程为 $Y = 499826.3X - 3879.3$, $r = 0.9998$ 。表明木兰脂素在 0.1~1.1 μ g 范围内呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 10 μ L, 连续进样 5 次, 测定峰面积 RSD 为 1.60%, 表明精密度良好。

2.6 重复性试验 上述供试品溶液的制备方法, 按样品含量测定项下方法操作。称取同一批号样品 5 份, 分别进行测定, 木兰脂素的平均含量为 1.33mg/mL。测得样品含量 RSD 为 1.44%。

2.7 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 分别于样品制备后 0, 3, 6, 9, 12, 24h 内依法测定木兰脂素峰面积, 结果 RSD= 1.30%, 表明木兰脂素在 24h 内稳定。

2.8 回收率试验 采用加样回收法。精密称取已知含量的样品 2.5g, 共 5 份, 精密加入木兰脂素对照品溶液 5mL (0.502mg/mL), 按供试品制备方法制备样品, 测定。平均回收率为 99.5%, RSD 为 2.13%, 见表 1。

2.9 样品含量测定 按供试品溶液制备方法测定了 3 个批号的样品中的木兰脂素含量, 分别为 1.33, 1.34, 1.35mg/g。结果见表 2。

表 1 回收率测定结果

序号	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	3.3253	2.515	5.8100	98.7		
2	3.3255	2.515	5.7801	97.6		
3	3.3251	2.515	5.8678	101.1	99.5	2.13
4	3.3252	2.515	5.8930	102.1		
5	3.3254	2.515	5.7852	97.9		

表 2 样品中木兰脂素含量

样品批号	含量(mg/g)	RSD(%)
040509	1.33	1.16
040510	1.34	1.14
040511	1.35	1.02

3 讨论

供试品溶液的制备, 采用乙酸乙酯后, 色谱峰分离效果好, 杂质干扰小。超声处理以 30min 最为适合, 样品中的木兰脂素提取效果好。以乙腈-水 (35: 65), 为流动相较好, 在此基础上, 再加入少量四氢呋喃, 经比较乙腈-四氢呋喃-水 (35: 2: 63) 分离效果最佳。

中西医结合治疗慢性鼻窦炎 30 例

陈霞

(北京市机械施工公司医务室, 北京 100045)

1999 年 5 月~2000 年 5 月, 我们对单纯西药治疗与中西医结合治疗慢性鼻窦炎疗效进行对照观察 60 例, 结果表明中西医结合治疗慢性鼻窦炎, 总有效率优于单纯西药治疗。现报告如下。

1 临床资料

1.1 病例选择 根据门诊诊断为“慢性鼻窦炎”的患者 60 例 (中医称“鼻渊”证)。采用中西医结合治疗方法, 收到良好效果。排除重度心肺功能不全、严重心律失常、肝肾造血系统等严重原发性疾病, 精神病患者。

1.2 一般资料 将 60 例有头痛、鼻塞、流脓涕等慢性鼻窦炎主要症状, 大部分患者中鼻道或下鼻道内有脓性分泌物的患者按数字表法随机分为两组, 中西医结合组 30 例, 男 17 例, 女 13 例; 年龄 25~50 岁, 平均 37.5 岁; 病史 1~16 年, 平均 8 年; 对照组 30 例, 男 21 例, 女 9 例; 年龄 28~49 岁, 平均 38.5 岁; 病程 1~10 年平均 5 年; 全部病例均经 X 光拍片检查或穿刺证实, 并排除其它鼻窦疾患。其中慢性上颌窦炎 49 例, 慢性额窦炎 9 例, 多发性鼻窦炎 2 例。

2 方法

2.1 治疗方法 两组患者均用氯麻滴鼻剂(主要成分为 0.25% 氯霉素, 1% 麻黄素) 每日 3~4 次滴鼻, 配合置换疗法或上颌窦穿刺冲洗后以庆大霉素 4 万单位、氟美松 5 毫克做双侧上颌窦窦腔灌注, 10d 为一疗程。中西医结合组在上述单纯西药治疗的同时配合葛根汤加减, 每日 1 剂煎服, 10d 为一疗程。(主要成分为葛根 12g、麻黄 3g、辛夷 6g、桂枝 6g、白芍 6g、川芎 10g、甘草 6g、大枣 3 枚、生姜 3 片)。

2.2 观察指标及疗效判定标准 治疗前后临床症状、X 光拍片。

采用半定量积分法判定疗效。显效: 头痛、鼻塞消失, 鼻窦内无流脓性分泌物, X 光拍片示: 窦腔密度无增高; 总积分 30%。有效: 头痛、鼻塞减轻, 鼻窦内无流脓性分泌物减少, X 光拍片示: 窦腔密度轻度增高; 总积分 53%。无效: 上述症状无明显改善, 总积分 < 17%。

2.3 统计学方法 计量资料采用 *t* 检验, 计数资料采用 χ^2 检验。

3 结果

两组疗效: 中西医结合治疗组 30 例, 显效 9 例(30%), 有效 16 例(53%), 无效 5 例(16.6%) 总有效率 83.3%。对照组 30 例, 显效 3 例(10%), 有效 12 例(40%), 无效 15 例(50%) 总有效率 50%。两组总有效率比较有显著差异($P < 0.05$)。

4 讨论

葛根汤方中葛根具有生肌舒经、清热解毒之功效; 麻黄、桂枝发汗, 前者通窍, 利于分泌物引流, 后者温经通阳; 辛夷能消肿通窍; 白芍有敛阴、抑制麻黄发汗过多之作用; 川芎活血行气, 祛风止痛; 甘草调和药性, 又可补脾胃之气; 生姜具有发散风寒之作用; 大枣有保护胃气, 防止麻黄、桂枝所致发汗过盛之功能。以上诸药配伍后具有清热解毒、发散风寒、祛风止痛、通窍引流之功能。氯麻滴鼻剂有收缩鼻腔粘膜, 使鼻窦窦腔内分泌物得以通畅引流, 配合上颌窦穿刺将分泌物冲出来, 并注入庆大霉素、氟美松, 可以有效地控制局部炎症。

结肠清热丸的制备工艺探讨

王 朴¹, 陈 兰²

(1 河南省洛阳东方医院, 河南 洛阳 471003;

2 郑州市妇幼保健院, 河南 郑州 450012)

结肠清热丸是洛阳东方医院肛肠科临床经验处方, 具有清热解毒, 消肿散结, 活血止痛之功效, 用于治疗慢性结肠炎(湿热型)。该制剂经多年反复试验和研究, 制定了操作简单, 可行, 质量稳定的生产工艺, 现报告如下。

1 方法与结果

处方组成: 当归, 乳香, 没药, 陈皮, 金银花, 白芷, 天花粉, 甘草等。药材在粗粒和素丸干燥时, 烘干温度要求在 60℃, 目的是降低成品崩解时间和减少药丸的干裂。因为乳香, 没药和其他胶质类药材在温度高时熔融结块, 崩解度达不到要求。其不同温度烘干药丸的干裂情况和崩解时间见表 1。

表 1 不同温度烘干药丸的崩解时间和干裂情况

烘干温度(℃)	崩解时间(min)	干裂情况(%)
60	38	完整
65	45	0.5
70	60	0.8
75	65	1.5
80	78	2.5
85	90	5.0
90	105	10.0

对该制剂整个生产过程分别对 1. 高压消毒后制丸, 2. 60℃烘干制丸, 3. 75℃烘干制丸, 4. 80℃烘干制丸, 5. 成品采用钴⁶⁰辐照消毒的办法制丸进行了卫生学检查, 结果见表 2。经过实验, 认为成品钴⁶⁰辐照消毒的方法, 结果比较满意, 且不影响该制剂的疗效。

表 2 不同的消毒情况与卫生学检测比较

消毒方法	细菌量个/g	卫生学标准规定 在 1 万/g 以下
高压消毒后制丸	500	达标
60℃烘干制丸	40000	超标
75℃烘干制丸	25000	超标
80℃烘干制丸	18000	超标
成品钴 ⁶⁰ 辐照消毒 (强度: 0.5 千戈瑞)	20	达标

2 讨论

综上所述, 本工艺采用 60℃烘干素丸, 再用钴⁶⁰辐照灭菌的办法, 其结果崩解度和卫生学指标均符合《中国药典》规定^[1]。用本法生产的成品放置 2 年后, 重新测定其崩解度和卫生学指标, 仍符合规定, 说明本制剂的生产工艺较成熟, 质量稳定, 可在其他类似制剂的制备中参考使用。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2000, 附录 6.