

2.3.2 稳定性试验 取5号样品溶液,分别在10、20、30、40、50、60、80、100min时间点测定。RSD值为0.43%,说明黄芪甲苷的甲醇溶液具有良好的稳定性。见表4。

表4 稳定性试验数据

时间(min)	10	20	30	40	50	60	80	100
含量(%)	0.67	0.67	0.68	0.67	0.68	0.67	0.67	0.67

2.3.3 重复性试验 分别精密称定5份3号药粉各0.5g,按2.1.4项制备滴丸,按2.2.1.2项制备供试品,按2.2.1.5项操作并测定,结果平均含量为0.62%,RSD为2.9%,见表5。

表5 重复性试验数据(3号样品)

粉末重(g)	黄芪甲苷含量(%)	平均值(%)	RSD值(%)
0.50	0.58		
0.51	0.64		
0.50	0.62	0.62	2.9
0.50	0.58		
0.51	0.63		

2.3.4 加样回收率试验 分别精密称定5份3号药粉各0.5g,每份药粉加入黄芪甲苷标准品0.2mg(可先精称黄芪甲苷标准品2.0mg,用甲醇定容至10mL,分别精密吸取1mL于药粉中,待挥干)按2.1.4项制备滴丸,按2.2.1.2项制备供试品,按2.2.1.5项操作并测定,结果平均含量为92.58%,RSD为1.50%,见表6。

3 讨论

3.1 黄芪中含有大量皂苷类成分,其中黄芪甲苷有抗炎、降压、镇痛、镇静等药理作用,是黄芪中具有代表性的活性成分。考虑鼻窦炎滴丸的适应证,所以在实验中选择黄芪甲苷的含量为指标,优选提取

工艺。

表6 加样回收率试验数据(3号样品)

药粉重(g)	黄芪甲苷含量(%)	加样重(mg)	加样后含量(%)	回收率(%)	平均值(%)	RSD值(%)
0.50		0.20	0.38	90.89		
0.50		0.20	0.39	94.22		
0.51	0.61	0.20	0.39	93.99	92.58	1.50
0.50		0.20	0.39	92.43		
0.50		0.20	0.38	91.37		

3.2 文献报道黄芪甲苷的含量测定方法较多,根据样品的不同,处理方法各有差异,本实验采用正丁醇萃取,碱性洗涤,能有效去除黄芪中所含氨基酸、酚性成分及糖类的影响,纯化效果较好,适用于含黄芪制剂的含量测定。

3.3 由于黄芪甲苷无特征的紫外吸收,所以用紫外检测时,只有利用黄芪甲苷的末端吸收波长(200nm左右)测定。从波长扫描的结果来看,小于201nm灵敏度高,但基线不稳定,噪音大;大于201nm噪音变小,但分离效果变差,并开始出现肩峰。故本实验采用201nm为测定波长。

3.4 在流动相的选择上,曾用乙腈-0.05%磷酸二氢钾(15:85)、乙腈-0.1%磷酸(33:67,15:85,25:75)等为流动相,结果表明流动相乙腈-0.1%磷酸(33:67)分离度最高。

参考文献:

- [1] 吴素香.长必安胶囊中黄芪提取工艺研究[J].浙江中医杂志,2000,9(15):410.
- [2] 张国正.黄芪甲苷定量方法概况[J].湖北中医杂志,2001,23(5):51.
- [3] 中国药典2000年版[S].一部.2000:249.

收稿日期:2003-11-04

口腔溃疡油的制备及质量控制

阮文幼,吴晓晔,曹国建(浙江省绍兴市人民医院,浙江绍兴312000)

摘要 目的:研究口腔溃疡油的制备及质量标准。**方法:**采用中西药组成复方制剂,用紫外分光光度法测定氧氟沙星含量。**结果:**本制剂疗效确切,有效成分的鉴别及含量测定特征性强,重现性好。**结论:**组方、提取及配制工艺设计合理,制剂稳定,质量控制方法准确可靠。

关键词 口腔溃疡油;制备工艺;质量控制

中图分类号:R944.1

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2004)04-0222-02

口腔溃疡油是我院根据口腔溃疡、牙龈炎、牙周炎的发病机制,结合中西医理论研制而成的一种外

用制剂。具有清热解毒、抗菌消炎、消肿止痛、促进溃疡愈合等作用,临床上主要用于治疗口腔溃疡、牙龈炎、牙周炎等疾病。经临床疗效观察,总治愈率为86.1%,总有效率为100%,经批准已成为我院自制制剂。

1 仪器与试药

7550 紫外-可见分光光度计(惠普上海分析仪器有限公司);紫草、黄柏(浙江省上虞市医药公司);氧氟沙星、维生素 E(浙江省新昌制药厂);颠茄酊(广东省广州星群药业有限公司);冰醋酸(广东省汕头市光华化学厂,药用);盐酸(浙江省杭州化学试剂有限公司,分析纯);麻油(浙江省绍兴市雪霸粮油食品公司)。

2 处方组成及制备工艺

2.1 处方组成 紫草 80g、黄柏 100g、氧氟沙星 3g、维生素 E 50g、颠茄酊 50mL、冰醋酸适量、麻油 1 000g。

2.2 配制工艺 将麻油置于干燥烧杯中,加热至温加入黄柏,用文火煎呈焦黄色加入紫草,搅拌至油呈紫红色,浸泡 4h 后,滤去药渣放冷(称重约 900g),加入维生素 E 备用。另将氧氟沙星用适量颠茄酊湿润后,滴加冰醋酸至全部溶解,加入剩余颠茄酊,在不断搅拌下细流加到油液中,搅匀,灌装即得。

3 质量标准

3.1 性状 本品为紫红色油状液体,带有麻油香味。

3.1.1 紫草 取本品 1 滴于滤纸上,滴加 NaOH 试液 1 滴,呈兰色。

3.1.2 黄柏 取本品 5mL,加冰醋酸 5mL,振荡使分层,过滤,滤液中加盐酸 5mL,再过滤,取沉淀物加冰醋酸 1mL,硫酸 1 滴,放置,溶液呈紫棕色。

3.1.3 氧氟沙星 取本品 5mL,加盐酸 20mL,振荡分层后过滤,取滤液置水浴上蒸干,取残渣置干燥具塞试管中,加丙二酸约 10mg,与醋酐 10 滴,在水浴上加热 5~10min 溶液显红棕色。

3.2 氧氟沙星含量测定 采用紫外分光光度法测定^[1],293nm 波长处测定吸收度,按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 913 计算含量,本品含氧氟沙星($C_{18}H_{20}FN_3O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

3.3 检查 根据中国药典 2000 版搽剂项下的要求进行。

3.4 样品观察 3 个批号的口腔溃疡油在常温下

留样 1 年,分别在 1、3、6、9、12 个月进行分层、沉淀检查及氧氟沙星含量测定,结果见表 1。

表 1 室温留样 1 年氧氟沙星含量测定结果(%)

批号	间隔时间(月)				
	1	3	6	9	12
980306	0.302	0.302	0.301	0.301	0.300
980517	0.301	0.301	0.300	0.299	0.298
980710	0.300	0.300	0.297	0.296	0.296

注:样品室温留样 12 个月,制剂外观、色泽均无变化。

4 讨论

4.1 口腔溃疡、牙龈炎、牙周炎是常见病,多发病,男女老幼均能发病,发病时肌膜溃疡,口舌糜烂,牙龈肿痛,进食困难,给病人带来很多痛苦,这种口腔疾病中医学理论认为是由六淫中的火邪导致心火、胃火上炎所致。而从西医学理论而言,是由部分厌氧菌和阳性球菌、阴性杆菌所致。为此,我们采用中西医相结合的方法,筛选以紫草、黄柏、氧氟沙星为主的中西药组成了治疗口腔溃疡、牙龈炎、牙周炎的外用搽剂,以弥补单一采用抗生素进行治疗的不足之处。

紫草具有解毒透疹、清热凉血等功效,对红、肿、热、痛有很好的对因作用,内含的多种紫草素,对金黄色葡萄球菌、流感病毒等有较强的抑制作用^[2];黄柏能清热燥湿、泻火解毒,外治口疮、疮疡。主要成分小檗碱、黄柏碱、黄柏酮等,对多种细菌有较强的抑制作用^[2];氧氟沙星为喹诺酮类抗生素,对厌氧菌和球菌、杆菌等均有很强抗菌作用;而维生素 E 具有生肌疗疮、促进溃疡愈合的作用;麻油能改善味觉,减少刺激性等等。因此,诸药合用后起到很好的协同作用,既具有清热解毒的对因作用,又具有抗菌消炎的对症作用。综上所述,口腔溃疡油与其他西药相比,组方合理,具有对因和对症治疗的双重作用,疗效确切,刺激性小等优点。

4.2 制备工艺中,氧氟沙星需在酸性溶液中溶解,应先用适量颠茄酊湿润后加冰醋酸溶解后,在搅拌下加入油液中,使制剂保持稳定而不被分层。

4.3 本制剂提取及配制工艺设计合理,制剂质量稳定,质量控制方法准确可靠。适用于大小医院制剂室配制生产,具有推广价值。

参考文献:

- [1] 吴晓晔,阮文幼.紫外分光光度法测定口腔溃疡油中氧氟沙星的含量[J].现代中西医结合杂志,2003,12(10):1087
- [2] 徐国钧,施大文.生药学[M].北京:人卫出版社,1991:247~249,332~336.

收稿日期:2003-12-01