

946

- [2] Franz G. 药用多糖的应用现状和展望. 国外医学(药学分册), 1990; 17(6): 326
- [3] Goro Chihara, Junji Hamuro, Yukiko Y Maeda, etc. *Cancer Research* 30, 2776, November 1970
- [4] 章美华, 肖培根. 药用真菌中生物活性多糖研究进展. 中草药 1992; 23(2): 95
- [5] 刘春兰, 张翼仲, 等. 人参果中水溶性多糖的研究. 药学学报, 1988; 23(11): 863
- [6] 方积年, 等. 竹黄多糖的研究. 生物化学与生物物理学报, 1980; 12(4): 366
- [7] 黄乔书, 等. 黄芪多糖的研究. 药学学报, 1982; 17(3): 200
- [8] 樊绘曾, 等. 玉足海参酸性多糖的研究. 药学学报, 1983; 18(3): 203
- [9] 方积年. 多糖体的结构分析. 国外医学(药学分册), 1981; 4: 227
- [10] 李润秋, 张翼仲. 针裂蹄多糖的研究. 药学学报, 1983; 18(6): 430
- [11] Tognmi M, et al. *chem. pharm Bull* 1982; 30: 1134
- [12] Naohito Ohno, Iwao Suzuki and Toshiro Yadoma. *Chem Pharm Bull*, 264, Vol 34(1986)
- [13] 白日霞, 张翼仲, 等. 碱提水溶液安络小皮伞多糖的研究- β 与 β 的分离纯化及结构分析. 真菌学报, 1990; 9(2): 163
- [14] 方积年. CNMR 多糖结构分析的应用. 国外药学(抗菌素分册), 1982; 2: 109
- [15] Breitmai-erE, et al. *CNMR spectroscopy*, 1978, 247

荣舒康胶囊的质量标准研究

李医明 洪永福 张 峰 郭学敏 朱玉军

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 采用薄层层析法对荣舒康胶囊中苏木、川芎、赤芍、丹参等成分进行定性鉴别, 薄层扫描法测定其中原儿茶酸的含量。

关键词 荣舒康胶囊; 薄层鉴别; 薄层色谱扫描法

荣舒康胶囊是治疗颅脑损伤后遗症的医院制剂, 由苏木、丹参等 11 味中药组成。具有活血化瘀、开窍通络之效。为了控制本品质量提高疗效, 采用 TLC 法对苏木、川芎、赤芍、丹参等进行定性鉴别并用薄层扫描法测定该品中有效成分原儿茶酸的含量, 为该制剂建立一个较完善的质量控制标准。

一、实验部分

(一) 仪器与药品

日本岛津 CS-930 型薄层扫描仪, 青岛海洋化工厂生产硅胶 G、硅胶 GF₂₅₄, 美国 DRUMMOND 厂定量毛细吸管。荣舒康胶囊由长海医院制剂室生产, 对照药材市售, 质量均符合中国药典 90 版规定。阿魏酸: 本院药分教研室提供; 丹参素: 上海医科大学药系植化教研室提供; 原儿茶酸: 南通制药厂提供; 丹参酮 I_A: 上海医药工业研究院提供。所

用试剂均为分析纯。

(二) 定性鉴别

1 苏木的鉴别

取荣舒康粉末 4g, 加适量水溶解, 加乙醇调至含醇量 70%, 温浸 1h, 不时振摇, 取上清液, 挥尽乙醇, 用乙酸乙酯 20ml 萃取 2 次, 合并萃取液, 加无水硫酸钠脱水, 过滤后, 滤液浓缩至 1ml, 作为试液。另取苏木粉末 1g, 加甲醇适量浸泡 1h, 过滤, 滤液浓缩至 1ml, 作为对照品溶液。展开剂: 氯仿-甲醇 (5:1)。显色剂: 取出放置或烘烤, 可见紫红斑点。

2 川芎的鉴别

供试液制法同上。取川芎细粉 2g, 加适量水煎煮 2 次, 水煎液按同样方法制成每 1ml 中含药材 2g 的对照液。展开剂: 石油醚-氯仿-甲醇 (10:3:2)。在 UV254nm 下观察荧光^[1]。

3 赤芍的鉴别

取样品粉末 2g, 加 95% 乙醇 20ml, 温浸 2h, 取上清液, 浓缩至 1ml, 作为供试液。另取赤芍细粉 1g, 加 95% 乙醇 20ml 振摇提取 10min, 过滤, 滤液浓缩至 1ml, 制成赤芍对照液。展开剂: 氯仿-甲醇-乙酸乙酯-冰乙酸 (20 : 12 : 3 : 0.1)。显色剂: 5% 香草醛硫酸溶液。

4 丹参水溶性成分的鉴别

取样品 10g, 加水 40ml 溶解, 过滤, 滤液加盐酸 0.1ml, 回流 3h, 放冷, 用乙酸乙酯提取 20ml × 4 次, 合并萃取液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 溶解。作为供试液。

另取丹参细粉 2g, 加适量水煎煮 2 次, 水煎液按同样方法制成每 1ml 中含药材 2g 的对照液。展开剂: 氯仿-丙酮-甲酸 (8 : 1 : 1) 下层。显色剂: 1% 三氯化铁-1% 铁氰化钾 (1 : 1) 混合溶液。

5 丹参脂溶性成分的鉴别

取样品 10g, 加水 50ml 溶解, 过滤, 滤液用乙醚提取 30ml × 2 次, 合并萃取液, 蒸干, 残渣加乙醇 1ml 溶解。作为供试液。另取丹参粉末 2g, 加乙醚 5ml, 振摇 1h, 过滤, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 溶解, 作对照液。展开剂: 苯-乙酸乙酯 (19 : 1)。显色剂: 1% 三氯化铁-1% 铁氰化钾 (1 : 1) 混合溶液。

6 标准对照液的制备

取丹参素、原儿茶酸、阿魏酸和丹参酮 I_A 对照品, 加甲醇制成每 1ml 中含 1mg 的溶液, 作为标准对照液。

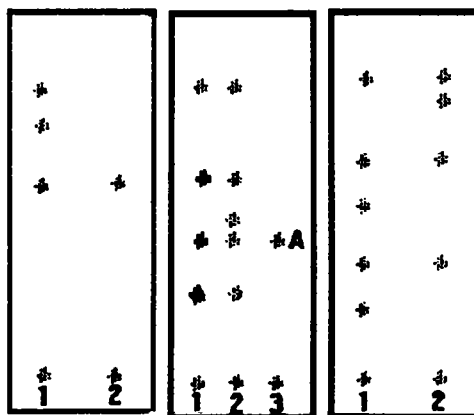
层析及结果

取自制硅胶 G 板, 照薄层色谱法 (中国药典 1990 年版一部附录 57 页) 试验分别点以供试液和相应对照液 2μl 于同一薄层板上, 按各自层析条件展开 10cm, 显色观察结果见图。

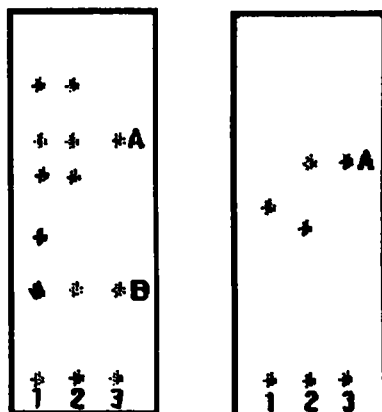
(三) 原儿茶酸的含量测定

1. 测定条件的选择

层析条件: 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 其他



1 样品供试液
2 苏木对照液
3 A-阿魏酸



1 样品供试液
2 丹参对照液
3 A-原儿茶酸
B-丹参素

条件均同丹参水溶性成分定性鉴别项下。采用 UV254nm 定位, 扫描条件: 原儿茶酸 λ_s = 260nm, λ_R = 320nm。线性参数 S_x = 3, 狭缝 1.2 × 1.2mm, 背景校正 AZS = NO。

2. 精密度及稳定性

在同一薄层板上, 分别点标准对照液相同量 6 个点, 依法展层后扫描测定, CV = 2.96%, 且在 3h 内稳定。

3. 标准曲线

精密称取原儿茶酸 11.0mg, 用甲醇溶解, 定容至 10ml。精确吸取上述准液 1, 2, 3, 4, 5μl 分别点样, 展开, 待溶剂挥干后, 在

253.7nm 紫外分析仪下定位,然后用反射法锯齿型扫描。得回归方程如下

$$r=11970.496+25467.266X, r=0.996$$

4. 样品测定

精密称取荣舒康细粉 10g(分三批样品,批号分别为 940928、941205、950324,每批测两次)加水 40ml 溶解,滤过,滤液加盐酸调至 pH=2,回流 3h,放冷,用乙酸乙酯提取 30ml×4 次,合并萃取液并蒸干。加入乙醇溶解,定容至 10ml 作为试液。精密吸取供试液和标准液各 3μl 依法点于同一薄层板,展层后扫描测定。计算结果见表:

样品批号	原儿茶酸含量(ug/g)			平均值
940928	54.4	53.6	55.1	54.4
941205	59.6	64.0	61.8	61.8
950324	58.2	59.4	57.4	58.3

5. 加样回收率试验

以加样回收法测定回收率为 96.91%, CV%=0.41(n=4)。

二、讨论

(一)本文采用薄层扫描法测定原儿茶酸的含量,本法操作简便,灵敏度高,对控制本品的内在质量有实用价值。原儿茶酸为丹参中主要成分,有明显活血化瘀作用。本文测定其含量范围在 54~64ug/g 之间。

(二)文献报道^[2],丹参中丹参素、原儿茶醛和原儿茶酸展开定位后,进行扫描,丹参素随放置时间延长,积分值基本不变,而原儿茶醛,原儿茶酸积分值逐渐降低。故本文测定原儿茶酸含量范围可能偏低。

参考文献

- [1]杨锡等. 中成药 1991 13(7):10
[2]徐任主编. 丹参——生物学及其应用科学出版社 1990:81

甲硝唑致严重龟头溃烂 1 例

刘安祥

(解放军第 289 医院 侯马 043014)

患者张某某,男,32 岁,因患牙周炎在门诊治疗。应用甲硝唑(武汉制药厂,批号 941107)0.4g/次,牙周宁 120mg/次,tid,po。首次服用约 1h 自感口唇麻木,全身不适,随继龟头发痒,水肿,8h 后龟头出现溃烂,疼痛难忍。立即停用上述两药,并用抗过敏药治疗。口服息斯敏 10mg,1 次/d;局部用 1:5000 高锰酸钾溶液洗涤,2 次/d。2d 后效果不佳。改用塞庚啶 4mg、强的松 10mg、维生素 C200mg、麦迪霉素 0.4,tid,po;并同时用 1:10000 呋喃西林液湿敷,3 次/d。3d 后痒痛症状消失,局部溃烂明显好转,停用口服药,改为局部用药,1wk 后龟头皮肤脱屑痊愈。为探明上述症状为何药所致,在严密观察

下,先服用牙周宁 40mg/次,观察 4h 未发现任何不适;第二天又服用甲硝唑 0.1g,大约 45min 患者自感口唇发麻,全身不适,即用抗过敏药,3h 后症状消失。以后又继续服用牙周宁 120mg,tid,未出现任何不适感,故证实过敏症状为甲硝唑所致。

甲硝唑除用于抗滴虫和抗阿米巴原虫外,目前广泛地应用于抗厌氧菌感染。不良反应主要是食欲不振、恶心呕吐等胃肠道反应。少数有腹泻,偶见头痛、失眠、皮疹、白细胞减少、排尿困难、肢体麻木及感觉异常等。但在常规用药下,尤其是首次使用,发生严重龟头溃烂反应实属少见,应引起临床重视。