

低等有关。②年龄：因为小儿中枢神经系统发育不完善，存在不稳定性，缺氧造成脑损伤的程度加重，复发率就升高，但对于低于6个月的新生儿和小婴儿未见有FC。有实验证明^[4]新生动物脑的抑制性活动占优势，因而对惊厥的敏感性不如幼年动物高，说明FC在脑发育极不成熟的新生儿和6个月的婴幼儿很少发生；此外，这种年龄特征还可能与6个月后婴儿来自母体的免疫抗体逐渐消失，而自身免疫系统尚未发育完善，易患感染性疾病，尤其是上呼吸道感染有关，故提高机体免疫功能对预防FC很重要^[5]。另外也有可能FC患儿的大脑中存在着不同程度的潜在病灶，使惊厥阈值降低，对发热更为敏感，容易复发。本组初发年龄低于1岁的患儿复发率为60.0%，高于初发年龄≥1岁的患儿，差异有统计学意义 ($P<0.05$)。③家庭史：有FC家族史者复发率高于无家族史，本组有家族史者复发率为50%高于无家族史复发率37.1%，这种现象与遗传基因有关。④惊厥持续时间：惊厥时间越长，复发因素越大。⑤其他：本组研究结果还显示FC的复发与发作时脑电图是否正常及FC分型有关，而与性别无关。

综上所述，对于有FC复发危险因素的患儿，首先要向家长做好健康教育工作，告诉其预防的重要性，嘱其要经常注意孩子的体温变化，一旦发热即采取积极降温措施，并要学会简单的止惊急救处理，必要时可短程应用抗惊厥药物，以避免多次复发造成脑损伤。

参考文献

- [1] 张月华,马秀伟.热性惊厥的治疗和预后[J].实用儿科临床杂志, 2010,23(10):883-884.
- [2] 孙晓茜.热性惊厥复发危险因素与愈后分析[J].医药世界,2007(2):82-83.
- [3] 宁立华.小儿热性惊厥复发相关因素分析[J].包头医学院学报, 2006,23(2):163-164.
- [4] 张丽娟.小儿热性惊厥60例临床分析[J].实用神经疾病杂志,2005, 8(5):54.
- [5] 李瑞林,郭亚东,周戩平.热性惊厥的新进展[J].临床儿科杂志, 2002,20(4):245-246.

顶空气相色谱法测定丙硫异烟胺中三氯甲烷残留量

刘东权 王晓文 陈鑫 许桂艳
(辽宁倍奇药业有限公司, 辽宁 丹东 118008)

【摘要】目的 建立丙硫异烟胺中三氯甲烷 (CHCl_3) 残留量的测定方法。**方法** 顶空进样色谱法, 采用 DM-1 毛细管柱 ($60\text{m} \times 0.32\text{mm}$, $5\ \mu\text{m}$)。结果 空白溶剂无干扰, 检测限为 $0.03\ \mu\text{g}/\text{mL}$, $0.006\text{--}0.018\text{mg}/\text{mL}$ 的范围内线性关系良好 ($r=0.9992$), 平均回收率为 99.7% ($\text{RSD}=1.5\%$, $n=9$), 3 批样品三氯甲烷残留量均符合规定。**结论** 经方法学试验, 该方法灵敏、准确、可靠, 适用于本品三氯甲烷残留量的测定。

【关键词】 丙硫异烟胺; 三氯甲烷; 顶空气相色谱法

中图分类号: R917

文献标识码: B

文章编号: 1671-8194 (2011) 33-0015-03

Determination of Chloroform Residue in Protionamide by Headspace Gas Chromatography

LIU Dong-quan, WANG Xiao-wen, CHEN Xin, XU Gui-yan
(Liaoning Beiqi Pharmaceutical Co., Ltd., Dandong 118008, China)

【Abstract】Objective To establish a GC method for the determination of chloroform residue in protionamide. **Methods** A headspace gas chromatography method was developed using a DM-1 capillary column ($60\text{m} \times 0.32\text{mm}$, $5\ \mu\text{m}$). **Results** The blank solvent was non-interfering. The detection limit was estimated to be $0.03\ \mu\text{g}/\text{mL}$. The quality concentration of $0.006\text{--}0.018\text{mg}/\text{mL}$ show the good linear relationship ($r=0.9992$). The average recovery was 99.7% ($\text{RSD}=1.5\%$, $n=9$). The chloroform residues of the samples were up to specification. **Conclusion** The method was sensitive, accurate, reliable and applicable to the determination of chloroform residue in protionamide.

【Key words】 Protionamide; Chloroform; Headspace gas chromatography

丙硫异烟胺 (Protionamide) 化学名称为 2-丙基硫代异烟酰胺, 对结核分枝杆菌有较强的抑菌作用, 对耐链霉素、异烟肼、对氨基水杨酸、吡嗪酰胺的菌株均有抑菌力, 与其他抗结核药联合用于结核病经一线药物 (如链霉素、异烟肼、利福平和乙胺丁醇) 治疗无效者^[1,2]。丙硫异烟胺已列入 WHO 二线抗结核药采购目录。本品合成过程中使用了有机溶剂三氯甲烷, 三氯甲烷是中国药典二部严格规定限度的有机溶剂。因此, 本研究建立了丙硫异烟胺中三氯甲烷残留量的检查方法, 操作简单, 方法灵敏、准确、可靠。

1 仪器与试剂

GC-14C 型气相色谱仪, ECD 检测器 (日本岛津公司); AE240 电子分析天平 (梅特勒-托利多公司)。

丙硫异烟胺原料药 (由有关药厂提供, 批号: 080503, 080506, 080507)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

DM-1 毛细管柱 (100% 二甲基聚硅氧烷, $60\text{m} \times 0.32\text{mm}$, $5\ \mu\text{m}$); 柱温 160°C ; 进样口温度 220°C ; 检测器 (ECD) 温度 300°C ; 载气氮气, 压力 100kPa ; 顶空瓶平衡温度 85°C ; 平衡时间 20min ; 进样量 1.0mL 。理论板数按三氯甲烷峰计算应不低于 10000 。

2.2 溶液配制

2.2.1 对照品溶液

取三氯甲烷约 30mg , 精密称定, 置 50mL 量瓶中, 加 N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 1mL , 置 50mL 量瓶中, 加 N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5mL 置顶空瓶中, 密封, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液

取丙硫异烟胺约 1.0g , 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加入 5mL N, N-二甲基甲酰胺使溶解, 密封, 作为供试品溶液。

2.3 理论板数

经试验,三氯甲烷峰理论板数为62247。

2.4 空白溶剂的干扰试验

精密量取N, N-二甲基甲酰胺5mL,置顶空瓶中,密封,按“2.1”项下条件操作,结果表明空白溶剂对三氯甲烷的测定无干扰。见图1。

2.5 最低检测限

精密称取三氯甲烷30.12mg,加N, N-二甲基甲酰胺逐步稀释制成0.12、0.06、0.03 μg/mL的溶液,分别精密量取5mL置顶空瓶中,按“2.1”项下条件操作,记录为基线噪音三倍者为最低检测限。测得的最低检测限为0.03 μg/mL。

2.6 线性关系

精密称取三氯甲烷30.09mg,加N, N-二甲基甲酰胺定容至50mL,作为贮备溶液。分别精密量取0.5mL、0.75mL、1.0mL、1.25mL、1.5mL置50mL量瓶中,用N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀,分别精密量取5mL,置顶空瓶中,按“2.1”项下条件操作,结果见表1。

表1 线性试验测定结果

C (mg/mL)	0.006	0.009	0.012	0.015	0.018
峰面积	17654	25810	33943	40890	47908

以浓度对峰面积进行线性回归,得到线性方程: $A=2519600.0C+3005.8$ ($r=0.9992$)。可见三氯甲烷在0.006~0.018mg/mL的范围内线性良好。

2.7 精密度

精密称取三氯甲烷30.22mg,加N, N-二甲基甲酰胺定容至50mL,精密量取1mL,置50mL量瓶中,用N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀。分别精密量取5mL,置6个顶空瓶中,按“2.1”项下条件操作,结果见表2。

表2 精密度试验结果

No	1	2	3	4	5	6	平均	RSD%
峰面积	34063	34577	34618	34944	33995	34025	34370	1.1

2.8 回收率

精密称取三氯甲烷30.34mg,加N, N-二甲基甲酰胺定容至50mL,作为贮备液。精密量取贮备液1mL,置50mL量瓶中,用N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀,精密量取5mL,置顶空瓶中,作为对照品溶液。分别精密量取贮备液0.75mL、1.0mL、1.25mL置50mL量瓶中,加N, N-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀,作为高、中、低浓度的溶液备用(浓度分别为0.009mg/mL、0.012mg/mL、0.015mg/mL)。

精密称取已知三氯甲烷残留量的丙硫异烟胺原料1.0g,置顶空瓶中,共9份。再精密量取高、中、低浓度的溶液各3份,每份5mL,分别加入上述9个顶空瓶中,作为供试品溶液。取上述溶液,按“2.1”项下条件操作,按外标法以峰面积计算回收率,结果见表3。平均回收率为99.7%,RSD%为1.5%。

表3 回收率试验结果

浓度	样品中三氯甲烷量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率%
低浓度	0.0010	0.0451	0.0466	101.1
	0.0010	0.0451	0.0453	98.2
	0.0010	0.0451	0.0471	102.2
中浓度	0.0010	0.0601	0.0606	99.2
	0.0010	0.0601	0.0616	100.8
	0.0010	0.0601	0.0601	98.3
高浓度	0.0010	0.0751	0.0759	99.7
	0.0010	0.0751	0.0762	100.1
	0.0010	0.0751	0.0742	97.5

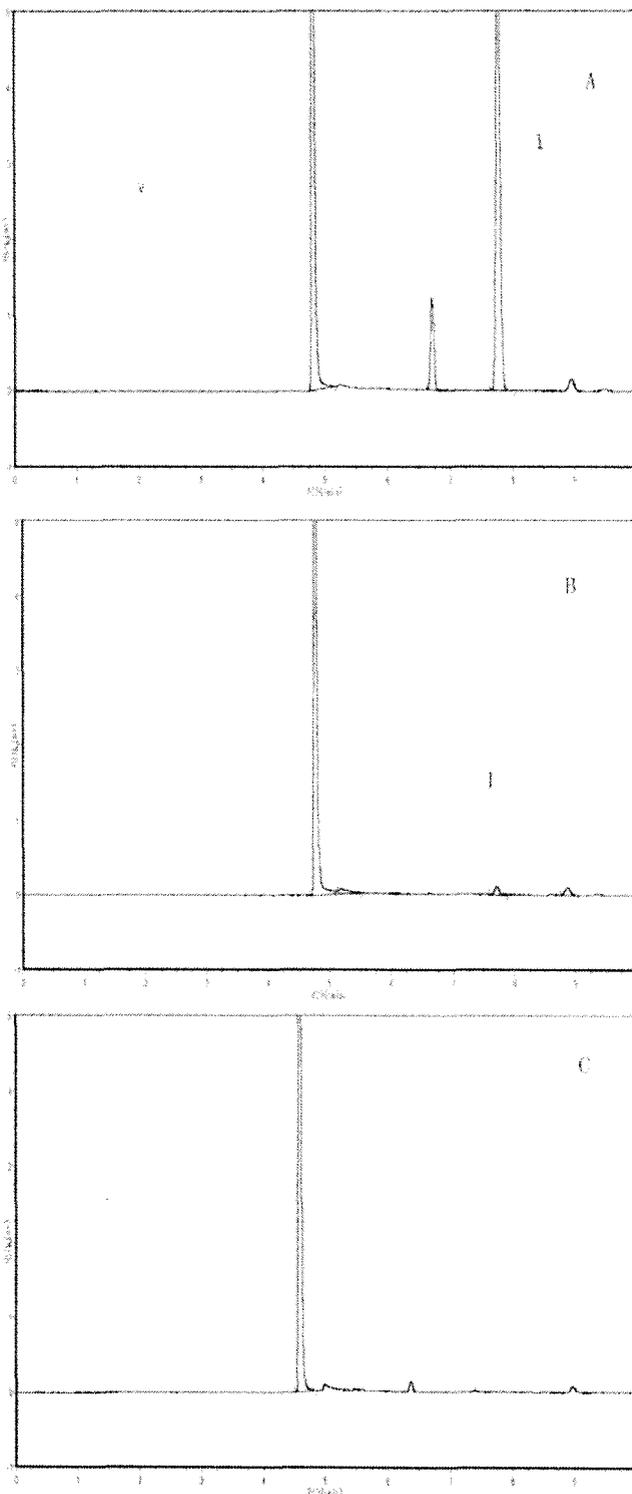


图1 气相色谱图

A: 对照品; B: 供试品; C: 溶剂; 1: 三氯甲烷

2.9 样品测定

按“2.1”和“2.2”项下方法配制溶液和测定,按外标法以峰面积计算样品中的三氯甲烷残留量,结果分别为0.0001%、0.0001%、0.0001%。《中国药典》2005年版二部附录VIII P项下规定的三氯甲烷限度为0.006%^[3],三批样品检查结果均符合规定。

3 讨论

丙硫异烟胺在水中几乎不溶,因此采用N, N-二甲基甲酰胺为溶剂,经研究其对试验无干扰。同时也进行了二甲基亚砷的溶剂研究,

但因其干扰测定而未选择。

由于ECD检测器对含卤素元素的残留溶剂易得到较高的灵敏度,因此选择了ECD作为检测器。丙硫异烟胺的三氯甲烷残留量检查国内尚未见有关的文献报道,因此我们对相应的色谱条件如柱温、程序升温等进行了摸索,最终选定了色谱条件。

方法学研究的结果表明本方法操作简单、灵敏、准确和可靠,可有效地控制丙硫异烟胺中的三氯甲烷残留量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.临床用药须知[M].北京:人民卫生出版社,2005:584-585.
- [2] 国家食品药品监督管理局药品审评中心.药物临床信息参考[M].四川科技出版社,2005:302.
- [3] 国家药典委员会.中国药典2005年版二部[M].北京:化学工业出版社,2005:附录54-57.

中西医结合治疗囊肿型痤疮患者40例疗效观察

刘 彬

(辽宁中医药大学附属医院皮肤科, 辽宁 沈阳 110032)

【摘要】目的 观察中西医结合治疗囊肿型痤疮疗效。**方法** 将120例囊肿型痤疮患者随机分成治疗组(40例),对照1组(40例),对照2组(40例)。治疗组(中西医结合治疗组)给予桃红解毒利湿汤及米诺环素口服,对照1组(西药组)给予米诺环素口服,对照2组(中药组)给予桃红解毒利湿汤口服。三组患者同时配合氯霉素酊(院内制剂)外用。以上患者均连续治疗4周后观察疗效。**结果** 治疗组有效率82.50%,对照1组57.50%,对照2组62.50%。治疗组与对照1组有效率比较有统计学意义($\chi^2=6.54, P<0.05$),治疗组与对照2组有效率比较有统计学意义($\chi^2=4.25, P<0.05$),而且无严重不良反应。**结论** 中西医结合治疗囊肿型痤疮疗效显著。

【关键词】 中西医结合治疗; 囊肿型痤疮

中图分类号: R758.73

文献标识码: B

文章编号: 1671-8194 (2011) 33-0017-02

Integrative Medicine Treated 40 Patients with Cystic-type Acne Efficacy

LIU Bin

(Department of Dermatology, the Affiliated Hospital of Liaoning University of TCM, Shenyang 110032, China)

[Abstract]Objective To observe the integrative medicine cystic acne treatment. **Methods** 120 patients with cystic-type acne were randomly divided into treatment group (40 cases), the control group (40 cases), control group 2 (40 cases). Treatment group (in the combination therapy group) to give pink soup and detoxification dampness oral minocycline, the control group (western group) to give oral minocycline in the control group 2 (CMB) to give pink soup oral detoxification dampness. Three groups of patients are also with chloramphenicol tincture (hospital preparation) topical. These patients were continuously treated for 4 weeks after treatment. **Results** The treatment group was 82.50%, 57.50% in control group 1, control 2 group 62.50%. Treatment group and control one group was more significant difference ($\chi^2=6.54, P<0.05$), treatment group and control 2 group was more significant difference ($\chi^2=4.25, P<0.05$), and no serious adverse reactions. **Conclusion** Integrative medicine cystic acne significant effect.

[Key words] Integrative medicine; Cystic Acne

痤疮是皮肤科常见疾病好发青春期,多见于颜面部,是毛囊皮脂腺的慢性炎症。临床根据皮损轻重程度分为I、II、III、IV度^[1]。而囊肿型痤疮是其中较为严重的类型。瘢痕,脓头,囊肿的形成直接对患者身体和心理造成伤害,尤其对未婚青年男女的心理影响更大。笔者自2009年6月至2010年7月间采用中西医结合疗法治疗囊肿型痤疮疗效40例,并与口服西药及中药治疗作对照,经观察疗效明显。现报道如下。

1 资料与方法

1.1 临床资料

选择2009年6月至2010年7月间就诊于我院门诊囊肿型痤疮患者120例。其中男59例,女61例。年龄16~38岁。病程30d~2年,平均病程8个月。随机分成治疗组(40例),对照1组(40例),对照2组(40例)。治疗组和对照组患者在性别,年龄,皮损,症状等方面无显著性差异具有可比性。西医诊断标准参照《临床皮肤病学》^[1]符合囊肿型痤疮,中医诊断参照中医外科学^[2]符合痰湿瘀滞证。另外需排除:①孕妇及哺乳期妇女。②合并严重系统性疾病。③对观察药物过敏者。④药源性或职业原性痤疮。⑤近2个月使用过药物治疗者。⑥近半年使用过维甲酸类药物。⑦不合作者。

1.2 方法

1.2.1 一般护理

治疗期间注意保持皮肤清洁,经常用温水洗面,皮脂较多时,可每日温水洗面3~4次,勿用冷水洗面,以防毛孔收缩、皮脂堵塞致粉刺加重。避免对痤疮乱挤压,以免炎症扩散,继发感染,愈后遗留凹陷性疤痕。饮食宜清淡,忌食辛辣鱼腥之品,忌烟酒等。

1.2.2 治疗方法

治疗组:桃红解毒利湿汤联合米诺环素口服治疗。桃红解毒利湿汤药用:红花、桃仁、贝母、陈皮、茯苓、半夏、香附、金银花、连翘、黄连、蝉蜕、牡丹皮、枇杷叶、桑白皮、生地。用法:每日一剂水煎400mL早晚两次口服同时米诺环素0.1日二次口服。对照1组米诺环素0.1日二次口服。对照2组桃红解毒利湿汤每日一剂水煎400mL早晚两次口服。三组患者同时配合氯霉素酊。以上患者连续治疗4周,治疗后观察疗效评定。

1.2.3 疗效判定

痊愈:囊肿全部消退,自觉症状消退;显效:囊肿消退70%,症状明显改善;有效:囊肿消退30%,症状有所改善;无效:囊肿消退不足30%或增加,症状无改善。