

痔疮栓

Zhichuang Shuan

【处方】 柿蒂 125g 大黄 75g 冰片 40g
 芒硝 46g 田螺壳（炒） 150g 咸橄榄核（炒炭） 150g

【制法】 以上六味，分别粉碎成细粉，过筛，混匀，边搅拌边加入微温熔化的混合脂肪酸酯基质，搅匀，待要凝时，迅速倾入涂有润滑剂的栓模内，冷却，凝后出模，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为黑褐色鱼雷形栓剂。

【鉴别】（1）取本品 2 粒，切碎，加水 5ml，加 10% 氢氧化钠溶液 5ml，加热煮沸 5 分钟，放冷，静置使沉淀，取沉淀少许，置显微镜下观察：非腺毛单细胞，直径 20~26 μ m，壁厚约至 8 μ m，胞腔内含棕色物（柿蒂）。不规则碎块无色或淡棕色，表面多具条状纹理，有的呈交错的片层结构，有的表面显颗粒性（田螺壳）。

（2）取本品 3 粒，切碎，加 70% 乙醇 30ml，50℃ 超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙醚-乙酸乙酯-冰醋酸（20：5：8：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 的硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。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。

（3）取本品 1 粒，置具塞锥形瓶中，90℃ 水浴加热，待栓剂完全融化，立即取出，趁热加入甲醇 20ml，充分振摇，温浸 1 小时，放置至室温，0℃ 以下放置 2 小时，取出，立即滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 10ml 溶解，加盐酸 1ml，置水浴中加热 30 分钟，立即冷却，加乙醚提取二次，每次 20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，加甲醇 20ml，浸渍 1 小时，滤过，取滤液 5ml，回收溶剂至干，照供试品溶液制备方法，自“残渣加水 10ml”起，依法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，

取出，晾干，置紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点；置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

（4）取本品 1 粒，切碎，置坩埚中，盖上坩埚盖，置水浴上加热 30 分钟，取下坩埚盖，用无水乙醇 1ml 溶解升华物，作为供试品溶液。另取冰片对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 4~8 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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。

【检查】 土大黄苷 取本品 2 粒，切碎，加甲醇 15ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液 1ml，加甲醇至 10ml，作为供试品溶液。另取土大黄苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，作为对照品溶液（临用新制）。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸（30：5：5：20：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同的亮蓝色荧光斑点。

其他 应符合栓剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0107）。

【含量测定】 芒硝 取重量差异下的本品，切成小块，混匀，取约 8g，精密称定，加水 50ml，于水浴中加热融化，搅匀，放冷，滤过，将基质和药渣用水重复操作四次，每次 40ml，合并滤液，加盐酸 1.5ml，加热，放冷，滤过，将滤液煮沸，不断搅拌，并缓缓加入热氯化钡试液（约 20ml），至不再发生沉淀，置水浴上加热 30 分钟，静置 1 小时，用无灰滤纸滤过，沉淀用水分次洗涤，至洗液不再显氯化物反应，干燥，并炽灼至恒重，精密称定，与 0.6086 相乘，即得供试品中含有 Na₂SO₄ 的重量。

本品每粒含芒硝以硫酸钠（Na₂SO₄）计，应为 17.0mg~23.0mg。

大黄 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（85：15）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取大黄素、大黄酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大黄素 10 μ g、含大黄酚 15 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 10 粒，精密称定，切碎，取约 4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，0 $^{\circ}$ C 以下放置过夜，取出，立即滤过，精密量取放置至室温的续滤液 20ml，回收溶剂至干，加 8% 盐酸溶液 10ml，再加三氯甲烷 10ml，加热回流 1 小时，冷却，移置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液用三氯甲烷提取三次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇微热使溶解，移至 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含大黄以大黄素 (C₁₅H₁₀O₅) 和大黄酚 (C₁₅H₁₀O₄) 的总量计，不得少于 0.36mg。

冰片 照气相色谱法 (中国药典 2015 年版通则 0521) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇毛细管柱 (柱长为 30m，内径为 0.32mm，膜厚度为 0.25 μ m)；柱温为程序升温，初始温度 60 $^{\circ}$ C，保持 2 分钟，以每分钟 20 $^{\circ}$ C 的速率升温至 220 $^{\circ}$ C，保持 5 分钟；进样口温度为 180 $^{\circ}$ C，检测器温度为 230 $^{\circ}$ C；分流进样，分流比为 20：1。理论板数按龙脑峰计算应不低于 10000。

对照品溶液的制备 取冰片对照品适量，精密称定，加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.8mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，切碎，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙酸乙酯 25ml，称定重量，超声处理 (功率 500W，频率 40kHz) 20 分钟，放冷，再称定重量，用乙酸乙酯补足减失的重量，摇匀，离心，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入气相色谱仪，测定，以龙脑峰、异龙脑峰面积之和计算，即得。

本品每粒含冰片 (C₁₀H₁₈O) 应为 28.0~44.0mg。

【功能与主治】 清热通便，止血，消肿止痛，收敛固脱。用于各期内痔、混

合痔之内痔部分，轻度脱垂等。

【用法与用量】 直肠给药，一次 1 粒、一日 2~ 3 次，使用前可以花椒水或温开水坐浴，七天为一疗程，或遵医嘱。

【规格】 每粒重 2g（含芒硝 46mg）。

【贮藏】 密封，置凉暗处。

注：（1）田螺壳：为田螺动物中国圆田螺 *Cipangopaludina chinensis* Gray 和中华圆田螺 *Cipangopaludina cathayensis* Heude 或同属其他动物的壳。

（2）咸橄榄核：本品为橄榄科植物橄榄 *Canarium album* Raeusch. 干燥果核的炮制加工品。

处方意见稿