

HPLC 法测定儿宝咀嚼片中橙皮苷的含量

王小青 张后富 张瑾楠 邓罗英 彭旦明 赵诗云 吴东风

(江西省中医药研究院 南昌 330046)

摘要:目的:建立测定儿宝咀嚼片中橙皮苷含量的高效液相色谱方法。方法:色谱柱为 Hypersil, ODS₂-C₁₈(5 μm, 250 mm×4.6 mm), 流动相为乙腈-0.1%磷酸(19:81);流速为 1.0 mL/min;柱温为室温;检测波长为 283 nm。结果:橙皮苷在 12~240 μg/mL 范围内线性关系良好,相关系数为 0.999 4,回收率为 98.23%,RSD=0.67%(n=9)。结论:本方法操作简单,分离效果好,灵敏度高,重复性好,可用于控制儿宝咀嚼片的质量。

关键词:儿宝咀嚼片;HPLC;橙皮苷

中图分类号:R917

文献标识码:B

doi:10.13638/j.issn.1671-4040.2014.12.064

儿宝咀嚼片由太子参、北沙参、茯苓、山药、麦芽(炒)、陈皮、白芍(炒)、山楂(炒)、白扁豆(炒)、麦冬、葛根(煨)组成,具有健脾益气、生津开胃的效果^[1]。用于小儿面黄体弱,纳呆厌食,脾虚久泻,精神不振,口干燥渴,盗汗。陈皮具有理气健脾、燥湿化痰的功效^[2],与该制剂的功能主治有密切关系,因此建立了陈皮中橙皮苷的含量测定方法,以便更好地控制该制剂质量。

1 仪器与试剂

实验仪器:岛津 LC-10AT;SPD-M10AP 型;安捷伦 HP1100;二极管阵列检测器。橙皮苷对照品(批号:110721-201211,含量测定用)由中国生物制品药品检定所提供。

2 实验方法和结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Hypersil, ODS₂-C₁₈(5 μm, 250 mm×4.6 mm),流动相为乙腈-0.1%磷酸(19:81);室温;流速:1.0 mL/min;检测波长为 283 nm。

2.2 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成浓度为每 1 mL 含橙皮苷 0.03 mg。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 片,精密称定,研细,取约 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,密塞,称定重量,加热回流 1 h,放冷,称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液^[3]。

2.4 阴性供试品溶液的制备 取处方中缺陈皮药材的阴性样品,照供试品溶液制备项下操作,即得缺陈皮阴性对照供试液。

2.5 检测波长的选择 利用高效液相色谱中二极管阵列监测器的波长扫描功能,进行波长扫描,得到橙皮苷最大吸收峰的紫外吸收光谱,最大吸收波长为 283 nm。

2.6 结果 供试品溶液和对照品溶液在 17.9 min 均有橙皮苷的特征峰出现,而阴性供试品溶液在 17.9 min 左右没有峰,故其他药材不干扰橙皮苷的

含量测定。

3 方法学研究

3.1 线性试验 精密称取橙皮苷对照品 12.00 mg,至 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并至刻度。得橙皮苷对照品溶液(x=240 μg/mL)。分别吸取 0.5、1.25、2.5、3.75、5.0 mL 至 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度。橙皮苷对照品浓度分别为 12、30、60、90、120 μg/mL,分别进样 10 μL,记录峰面积,结果橙皮苷对照品在 12~240 μg/mL 范围内进样量与峰面积线性关系良好,回归方程 y=18 903x+66 031,相关系数为 0.999 4。

3.2 精密度试验 取一份样品连续进样六次,进样量 10 μL,所得结果为 0.65%。结果证明本方法精密度良好。

3.3 重现性试验 取本品,按质量标准草案中所述的方法进行操作,共制备 6 份供试品溶液,分别进样 10 μL,测定峰面积,计算含量,平均含量为 0.71 mg/片,RSD 为 0.98%。结果证明本方法重现性良好。

3.4 加样回收试验 取已测得含量的儿宝咀嚼片粉末,约 1 g,精密称定,按已知橙皮苷含量的 80%、100%和 120%分别加入一定量橙皮苷对照品,同供试品溶液的制备项下操作,制备橙皮苷加样回收率供试品溶液并测定。结果平均回收率为 98.23%,RSD 为 0.67%。

4 样品测定

取儿宝咀嚼片产品,按供试品溶液的制备项下操作,制备供试品溶液。照上述色谱条件,进样 10 μL,计算橙皮苷含量。结果见表 1。

表 1 橙皮苷样品测定试验 mg/片

批号	n	橙皮苷含量
20140207	10	0.705
20140209	10	0.694
20140211	10	0.693

5 讨论

儿宝咀嚼片中太子参为本制剂君药,但太子参暂时还没有特征对照品,考虑到陈皮具有理气健脾、燥湿化痰的功效,与该制剂的功能主(下转第 91 页)

碎型骨折^[21]。在穿针时根据不同的骨折类型,选择不同的进针部位。部分塌陷型进针点选择跟骨结节外侧;完全塌陷型进针部位选择跟骨结节正中处;粉碎型进针先进入大骨折块上,再带动小骨块,通过以点带面达到复位的目的。郭显成等^[22]通过研究认为,顶压手法结合多针撬拨复位内固定治疗跟骨骨折具有操作简单、费用低廉、并发症少、功能恢复快及软组织损伤小等优点,适合在基层医院推广使用。而对于 Sanders III 型中的关节压缩骨折,笔者建议采用传统的切开复位内固定治疗。费爽明等^[23]通过手法复位加克氏针石膏固定治疗 Sanders II 型跟骨骨折的临床研究发现,这种操作对软组织的损伤极小且不存在切口缝合困难、裂开、骨外露等并发症,故手术时间选择上更为灵活。不剥离骨膜骨折碎块,在相对完整的骨膜包裹下能够充分保护骨折块的血供,减少了对骨折愈合过程的干扰,复位后骨折容易愈合。祝海滨等^[24]认为手法复位、克氏针内固定配合中药治疗跟骨骨折具有操作简便、固定牢靠、创伤小、费用低、能早期功能锻炼、无需二次住院等优点,疗效可靠,值得推广。微创克氏针固定治疗跟骨骨折,近年来受到一些临床医生的推崇,且有相关研究证明其安全性、可行性,与传统手术治疗比较具有软组织损伤小并发症少,和传统纯手法复位石膏夹板外固定相比又具有可以提供较为稳定的固定维持的优点,但目前还没有大宗病例及长期随访证明这种治疗方法对跟骨骨折的远期疗效如何,临床上使用仍十分注意适应证的选择。

5 讨论

综上所述,因跟骨的解剖特点及跟骨骨折受伤机制的复杂性,跟骨骨折的治疗一直是临床上面临的难题,其治疗方案的选择也较为复杂,不同的治疗方案均有其优势和不足。随着内固定材料的更新、手术技术的不断成熟,切开复位内固定作为目前跟骨骨折治疗的常用方法,对于手术时机的把握仍要十分注意,也不能为追求解剖复位盲目扩大切开复位内固定的手术指征,以免带来不必要的并发症。非手术治疗在一些特定的跟骨骨折中,如跟骨关节外骨折、无移位或者无明显移位的关节内骨折中仍然存在一定的使用范围。微创治疗作为一种近年来

新兴的技术,有必要与其他疗法进行系统规范的治疗对比研究,客观评价疗效和适应证,使跟骨骨折得到合理规范的诊治。随着对跟骨骨折治疗认识的提高,根据患者损伤程度、骨折类型合理选择适宜的治疗方案,将有助于提高疗效。

参考文献

- [1]王亦璁.骨与关节损伤[M].第4版.北京:人民卫生出版社,2007.10
- [2]吴哲,涂致远.解剖型跟骨钛板治疗跟骨关节内骨折 51 例[J].福建医药杂志,2014,36(1):123-125
- [3]吴照发.锁定钢板内固定治疗跟骨骨折分析[J].浙江创伤外科,2014,19(1):110-111
- [4]Rammeh S,Zwipp H.Calaneus fractures: facts, controversies and recent developments[J].Injury,2004,35(5):443-461
- [5]李红钢.移位性跟骨关节内骨折切开复位内固定治疗的临床研究[J].河北联合大学学报(医学版),2013,15(5):682-683
- [6]郑移兵,齐越峰.跟骨骨折治疗研究进展[J].中国骨伤,2012,28(11):962-966
- [7]许义斌,李红斌,陈泽林,等.跟骨锁定板治疗跟骨关节内骨折[J].齐齐哈尔医学院学报,2013,34(24):3 669-3 670
- [8]游华斌,郭宁飞.急诊手术治疗跟骨关节内骨折的疗效分析[J].江西医药,2013,48(11):1 004-1 006
- [9]俞光荣,燕晓宇.跟骨骨折治疗方法的选择[J].中华骨科杂志,2006,26(2):134-141
- [10]张宝全.采用改进“L”形切口及钛钢板固定治疗跟骨骨折的临床体会[J].健康大视野(医学版),2014,22(1):68
- [11]席学义,孙建伟,李新平,等.探讨跟骨骨折手术“L”形切口的改进[J].中国骨与关节损伤杂志,2010,25(4):362-363
- [12]李成功.跟骨关节内骨折的治疗与分析[J].临床合理用药杂志,2009,2(13):83-84
- [13]Court-Brown CM,Schmied M,Schutte BG.Factors affecting infection after calcaneal fracture fixation[J].Injury,2009,40(12):1 313-1 315
- [14]Bergin PF,Psaradellis T,Krosin MT,et al.Inpatient soft tissue protocol and wound complications in calcaneus fractures[J].Foot Ankle Int,2012,33(6):492-497
- [15]李小双.跟骨骨折内固定术后并发症分析[J].中国医学创新,2012,9(18):134-135
- [16]潘永太,许世建,郑文忠,等.关节内跟骨骨折内固定治疗与并发症[J].中华矫形外科杂志,2005,13(22):1 715-1 717
- [17]俞光荣,赵宏谋.重视新鲜跟骨骨折的处理[J].中国骨伤,2010,23(11):801-803
- [18]段以文.手术与非手术治疗跟骨关节内骨折的疗效比较[J].中医药导报,2009,15(6):45-47
- [19]马毅,朱忠,喻晖,等.跟骨关节内骨折保守治疗与手术治疗的病例对照研究[J].中国骨伤,2011,24(8):634-637
- [20]刘杰,符建兵,党怀谦.跟骨骨折不同分型治疗方案的选择[J].中国当代医药,2013,20(10):60-61
- [21]马骁,卡索.跟骨关节内骨折的治疗进展[J].中国骨伤,2007,20(4):286-288
- [22]郭显成,刘晓华,雷强,等.顶压手法结合钢钉撬拨复位内固定治疗不同类型跟骨骨折疗效观察[J].现代中西医结合杂志,2014,23(7):748-750
- [23]费爽明,吴世良,张开坤.手法复位加克氏针石膏固定治疗 Sanders II 型跟骨骨折 30 例[J].中医正骨,2013,25(2):61-62
- [24]祝海滨,徐明雄,冯左基,等.手法复位、克氏针内固定配合中药治疗跟骨骨折 42 例[J].中国实用医刊,2014,41(4):23-24

(收稿日期:2014-10-15)

(上接第 86 页)治有密切关系,因此建立了陈皮中橙皮苷的含量测定方法^[4]。本方法曾经采用加热回流 20、40、60、90 min,但回流提取 40 min 以上才可将橙皮苷提取完全,因此将提取时间定为 60 min。儿宝咀嚼片采用 HPLC 测定条件,取得了较为满意的结果,该方法灵敏度、重复性均较好,样品预处理简单,确定该方法有效。

参考文献

- [1]国家药典委员会编.中华人民共和国药典.第一部[S].北京:中国医药科技出版社,2010.176
- [2]戴敬,郝培培,杨晓婧,等.HPLC 测定女金丸中橙皮苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(16):78-81
- [3]梁远园,冯彪,祝晨曈,等.HPLC 法测定枳实药材中橙皮苷与柚皮苷的含量[J].中药新药与临床药理,2006,17(5):359-361
- [4]孙冬梅,毕晓黎,胥爱丽,等.HPLC 法测定不同产地陈皮药材中橙皮苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,2009,15(11):1-3

(收稿日期:2014-08-13)