

热淋清软胶囊的质量标准研究

★ 刘小宝 (江西省新余市食品药品检验所 新余 338000)

关键词:热淋清软胶囊;头花蓼;槲皮素;含量测定

中图分类号:R 284.2 文献标识码:A

热淋清软胶囊含主药头花蓼,具有利尿、消炎、镇痛作用,头花蓼的主要活性成分为黄酮类^[1]。本文采用薄层色谱法对头花蓼进行定性鉴别,采用高效液相色谱法对其活性成分槲皮素进行含量测定,为保证热淋清软胶囊的质量提供了有效的质控方法。

1 仪器与试剂

LC-10ATVP 型高效液相色谱仪,SPD-10ATVP 紫外检测器、N2000 色谱工作站,SB2200 超声波清洗器,梅特勒 AB2004-E 电子天平。槲皮素对照品(由中国药品生物制品检定所提供,批号:100081-200306),热淋清软胶囊由江西欧氏药业有限公司提供,甲醇为色谱纯、水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 鉴别

取本品内容物 4 g,加甲醇 20 mL,水浴回流 1 小时,滤过,滤液浓缩至约 2 mL,上氧化铝柱(中性氧化铝 6 g,100~200 目,105 ℃干燥 30 分钟,柱内径 1 cm)用甲醇 50 mL 洗脱,收集洗脱液,水浴上浓缩至约 1 mL,作为供试品溶液;取头花蓼的阴性对照样品,同法制成阴性对照溶液;另取头花蓼对照药材 1.5 g,加水 20 mL,煮沸 30 分钟,滤过,滤液浓缩至干,加甲醇 2 mL 溶解,同法制成对照品溶液。吸取上述三种溶液各 5 μL,分别点于同一聚酰胺薄层膜上,以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂,展开,取出、晾干,氨气中熏 1 分钟,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上显相同黄色的荧光斑点($R_f=0.56$),阴性对照无斑点。

3 含量测定

3.1 色谱条件 Kromasil C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-0.4%磷酸(50:50);柱温:30 ℃;流速:1.0 mL/min;检测波长为 360 nm;灵敏度:0.5 AUFs;理论板数以槲皮素峰计应不低于 5 000。

3.2 标准曲线的制备 精密称取槲皮素对照品 5.9 mg,置 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,分别吸取 0.2、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0 mL,置 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。各进样 20 μL 测定槲皮素的峰面积,以峰面积(A)对进样品(C)进行线性回归,得回归方程: $A=812.15C+118.34$, $r=0.9998$,结果表明在 0.046~1.148 μg 范围内具有良好的线性关系。

3.3 供试品溶液的制备 取本品 10 粒,精密称定内容物,混匀,精密称取约 0.2 g,置 50 mL 具塞锥形瓶中,加甲醇-盐酸-水(7:1:2)溶液 25 mL,称定重量,85 ℃回流 1 小时,待提取液放冷后,用相应的溶剂补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

3.4 阴性对照液的制备 取不含头花蓼的阴性样品,按制备供试品溶液的方法制备阴性对照溶液,进样分析,未见干扰。

3.5 精密度试验 精密吸取同一份对照品溶液(浓度为 11.48 μg/mL),按上述色谱条件,重复进样 6 次,测得槲皮素峰面积分别为:949 327、931 351、939 692、934 638、928 967、924 452,RSD 为 0.9% ($n=6$),精密度良好。

3.6 稳定性试验 精密吸取同一份供试品溶液,分别于 0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 小时进样分析,测得槲皮素峰面积分别为:920 284、920 103、907 894、885 521、880 593、892 695,RSD% 为 1.9%,表明供试品溶液中槲皮素的峰面积无明显变化,性质稳定。

3.7 重复性试验 精密称取同一批样品 6 份,按供试品溶液的制备方法制备,进样分析,测定峰面积并计算含量及相对标准偏差,平均含量为 1.424 mg/g,RSD 为 1.5%,表明该方法重复性良好。

3.8 回收率试验 取已知含量的本品内容物 0.10 g,精密称定,分别加入一定的对照品溶液,照供试品溶液的制备项下进行操作,进样 20 μL 测定。平均回收率为 99.4%,RSD% 为 1.9%,加样回收率良好。

表 1 回收率试验结果

编号	RSD	取样品 /g	槲皮素含 量/mg	加入槲皮 素/mg	测得量 /mg	回收率(%)
1		0.1081	0.1539	0.1148	0.2668	98.3
2		0.1088	0.1550	0.1148	0.2665	97.1
3		0.1096	0.1561	0.1148	0.2669	96.5
4		0.1355	0.1929	0.1435	0.3349	98.9
5		0.1348	0.1919	0.1435	0.3346	99.4
6		0.1342	0.1911	0.1435	0.3344	99.9
7		0.1295	0.1844	0.1722	0.3596	101.7
8		0.1281	0.1824	0.1722	0.3563	101.0
9		0.1287	0.1832	0.1722	0.3581	101.5

3.9 样品的测定 取样品 6 批,照供试品溶液的制备项下

可吸收螺钉内固定治疗儿童胫骨斜形骨折 15 例

★ 熊名副 肖锐 (江西省南昌市洪都中医院小儿骨科 南昌 330006)

关键词:可吸收螺针;内固定;儿童;胫骨斜形骨折

中图分类号:R 683.42 文献标识码:B

自 2003 年 3 月 ~ 2006 年 10 月,采用百优 (BLOFIX)可吸收螺钉内固定治疗儿童胫骨斜形骨折 15 例取得良好的效果,现报告如下:

1 临床资料

本组 15 例,男 11 例,女 4 例;年龄 5 ~ 15 岁,平均 10 岁。受伤原因:车祸伤 5 例,坠落伤 6 例,平地摔跤伤 4 例;骨折均为斜形骨折,开放骨折 3 例,闭合骨折 12 例,其中中下段骨折 8 例,中上段骨折 4 例,合并腓骨骨折 13 例,单纯胫骨骨折 2 例。

2 治疗方法

入院后给予患肢石膏托固定或跟骨牵引 2 ~ 7 日,根据 X 线结果,在病情允许的情况下尽早手术,麻醉满意后,在大腿上段气压止血,取小腿前外侧弧形切口,暴露骨折端,尽量少剥离骨膜,清除骨端瘀血组织,复位后用复位钳固定,用钻头垂直骨折线方向钻孔,丝锥攻丝,选用 2 ~ 3 根长度适宜的可吸收螺钉固定,长度过对侧皮质。腓骨骨折不做切开复位,在 C 臂机下行闭合复位,尽量恢复腓骨长度。术后拍片证实骨折复位好,冲洗切口后按层缝合切口。术后过膝石膏托固定 3 ~ 4 周,6 周后拍片视骨折愈合情况逐渐负重行走。

3 结果

本组 15 例,术后 X 线示解剖复位 13 例,近解剖复位 2 例,无早期内固定松动及骨折移位现象,6 周

后拍片骨痂形成,骨折线模糊。疗效评定,根据临床及影像学检查,15 例病例,全部优,无一例出现骨折不愈,疼痛及行走跛行。

4 讨论

采用可吸收螺钉内固定治疗儿童胫骨骨折,有其一定的适应证,只适应斜形骨折,对粉碎性及横型骨折不适应。对本类病人,传统的方法多采用普通金属螺钉及钢丝或下肢加压钢板,但当骨折愈合后,需要再次手术取内固定物,由于儿童多恐惧住院手术,再次手术既增加了病人痛苦,也增加了医疗费用。而可吸收螺钉,是一种高分子聚合物,具有良好的组织相容性,初期抗弯强度为 200 ~ 400 MPa,切强度为 180 ~ 250 MPa,超过了皮质骨的强度,使骨折得到可靠的固定,经手术植入人体后,强度可平均保持半年^[1]。随着骨折愈合过程内固定物逐渐被分解吸收,无金属内固定物刺激腐蚀作用,不干扰放射影像。而且手术操作简便,无需特殊器械,创伤小,出血少。虽然内固定材料价格昂贵,但可避免二次手术,且可解除后顾之忧,对患者是有利的。通过本组病人的治疗观察及随访,我们认为:可吸收螺钉内固定治疗儿童胫骨斜形骨折,仍具有较好的实用价值。

(收稿日期:2007-05-02)

进行操作,进样 20 μ L 测定,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	含量/mg · 粒 ⁻¹	RSD (%)
040101	0.851	0.9
040102	0.783	1.1
040103	0.696	1.4
040201	0.791	0.8
040202	0.722	1.2
040203	0.680	0.7

4 讨论

(1)按文献资料,薄层色谱展开后,表面颜色太深,严重干扰主斑点,经反复试验,采用 6 g 中性氧化铝柱除杂时,效

果较好。

(2)提取溶剂的选择:实验考察 95%乙醇-盐酸-水(7: 1: 2)、无水乙醇-盐酸-水(7: 1: 2)、甲醇-盐酸-水(7: 1: 2)三种混合溶剂,结果以甲醇-盐酸-水(7: 1: 2)提取效果更佳。

(3)提取时间的考察:对回流 0.5、1.0、1.5、2.0 小时进行考察,结果表明回流提取 1.0 小时,已经提取完全,故选择回流时间为 1.0 小时。

参考文献

[1]李勇军,骆宏丰. 头花蓼黄酮类化学成分的研究[J]. 中国药学杂志,2000,35(5):300 ~ 302

(收稿日期:2007-12-28)