

小儿化毒散中芍药苷含量测定

黄泽中¹, 何利华², 尹雄章¹

(1. 华中科技大学同济医学院附属同济医院药学部, 武汉 430030; 2. 湖北生态工程职业技术学院, 武汉 430068)

摘要 目的 建立检测小儿化毒散中芍药苷含量的高效液相色谱法。方法 色谱柱 HiQ sil C₁₈ W (4.6 mm×250 mm, 5 μm), 柱温: 30 ℃, 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸 (83 : 17), 流速: 1.0 mL · min⁻¹, 紫外检测波长: 230 nm。结果 芍药苷含量在 0.243 ~ 2.430 μg 范围内有良好线性关系, 平均加样回收率 100.1%, RSD=1.61% (n=6)。结论 该方法简便, 快速, 准确, 重复性好, 可用于该制剂质量控制。

关键词 小儿化毒散; 芍药苷; 色谱法, 高效液相; 含量测定

中图分类号 R286; R927.1 文献标识码 A 文章编号 1004-0781(2012)07-0916-02

Content Determination of Paeoniflorin in Xiao'er Huadu Powder

HUANG Ze-zhong¹, HE Li-hua², YIN Xiong-zhang¹ (1. Department of Pharmacy, Tongji Hospital, Tongji Medical College, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430030, China; 2. Hubei Ecology Vocational College, Wuhan 430068, China)

ABSTRACT Objective To develop a method for determination of paeoniflorin in xiao'er huadu powder san by HPLC.

Methods Chromatography was carried out on a column of HiQ sil C₁₈ W (4.6 mm×250 mm, 5 μm), at 30 ℃. The mobile phase was composed of acetonitrile-0.1% phosphoric acid (83 : 17). The flow rate was 1.0 mL · min⁻¹, and the detection wavelength was set at 230 nm. **Results** The content of paeoniflorin showed a good linearity in the range of 0.243-2.430 μg and the average recovery was 100.1%, with RSD as 1.61% (n=6). **Conclusion** The method is simple, rapid, accurate, reproducible and can be used for the quality control of the preparation.

KEY WORDS Xiao'er huadu powder; Paeoniflorin; HPLC; Content determination

小儿化毒散由赤芍、人工牛黄、黄连和大黄等 12 味中药组成, 有清热解毒、活血消肿之功效, 用于热毒内蕴、毒邪未尽所致的口疮肿毒、疮疡溃烂、烦躁口渴、大便秘结等症^[1]。有报道对该药中的大黄和黄连进行了含量测定^[2-5]。芍药苷为该方主药赤芍主要成分, 为有效控制该制剂内在质量, 笔者采用高效液相色谱法对其中有效成分芍药苷进行测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent1100 型高效液相色谱仪 (美国), 包括 Agilent1100 四元泵, Rheodyne 7725 手动进样器, 智能柱温箱, 紫外检测器, Chem Station 色谱工作站; Sartorius 十万分之一电子天平 (北京), CQ50 超声波清洗仪 (上海超声波仪器厂)。

1.2 试剂 小儿化毒散 (武汉健民药业集团股份有限公司, 批号: 20110301, 20110302, 20110303), 芍药苷对照品 (购自中国食品药品检定研究院, 批号: 110736-200526, 供含量测定用), 乙腈 (美国 Tedia 公司, 高效

液相色谱级), 水为纯化水, 其他试剂均为国产分析纯 (AR)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 固定相: HiQ sil C₁₈ W 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm, 日本 KYA Technologies Corporation); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸 (83 : 17); 柱温: 30 ℃; 流速: 1.0 mL · min⁻¹; 紫外检测波长: 230 nm, 进样量 20 μL。

2.2 供试品溶液的制备 取本品约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶, 精密加甲醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 超声 (功率 250 W, 频率 30 kHz) 处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷对照品适量, 加流动相制成 0.024 3 mg · mL⁻¹ 溶液, 即得。

2.4 阴性对照实验 分别取供试品溶液、对照品稀释液及阴性样品溶液 (去除赤芍, 按“2.2”项方法制得), 取 20 μL 注入高效液相色谱仪, 测定, 结果见图 1。表明本方中其他成分对测定芍药苷无干扰。

2.5 线性关系考察 精密称取芍药苷对照品适量, 加流动相适量, 配成浓度分别为 0.012 15, 0.024 3,

收稿日期 2011-08-12 修回日期 2011-10-16

作者简介 黄泽中 (1975-), 男, 湖北武汉人, 药师, 学士, 主要从事医院中药学工作。电话: 027-83624090, E-mail: hzz_2008@yahoo.com.cn。

0.048 6, 0.072 9, 0.097 2, 0.121 5 mg · mL⁻¹ 溶液。分别精密吸取 20 μL, 进样, 记录色谱图, 测得芍药苷峰面积。以进样量 ($X, \mu\text{g}$) 与峰面积 (Y) 作最小二乘法线性回归, 得线性回归方程 $Y = 1\,724.6 - 433.1X, r = 0.999\,9$ 。可见芍药苷进样量在 0.243 ~ 2.430 μg 范围内线性关系良好。

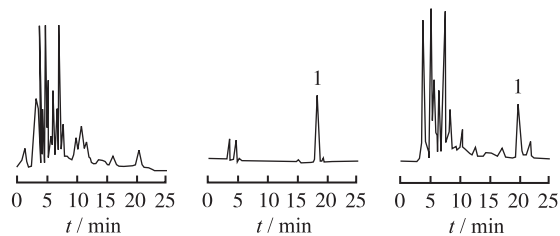


图 1 阴性对照品 (A)、芍药苷对照品 (B) 和供试品 (C) 高效液相色谱图

1. 芍药苷

Fig. 1 HPLC chromatograms of negative reference substance (A), paeoniflorin reference substance (B) and sample (C)

1. paeoniflorin

2.6 精密度实验 取同一芍药苷对照品溶液, 在上述色谱条件下连续进样 5 次, 每次 20 μL, 记录色谱图, 测得芍药苷峰面积的 RSD 为 0.90%, 表明仪器的精密度良好。

2.7 稳定性实验 取小儿化毒散 (批号: 20110301), 参照“2.2”项方法制成供试品溶液, 室温 (20 ~ 25 °C) 放置, 在 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 分别进样, 每次 20 μL, 记录色谱图, 测得芍药苷峰面积 RSD 为 0.42%。说明本供试品溶液放置 12 h 内稳定。

2.8 重复性实验 取同一批次小儿化毒散 (批号: 20110301) 6 份, 参照“2.2”项方法制成供试品溶液, 分别精密吸取 20 μL 注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 测定芍药苷峰面积, 并计算芍药苷含量。结果含量 RSD 为 1.66%, 可见本方法重复性良好。

2.9 加样回收率实验 精密称取已知含量的同一批小儿化毒散 (批号: 20110301), 每份约 0.25 g, 分别加入芍药苷对照品, 参照“2.2”项方法制成供试品溶液, 分别精密吸取 20 μL 注入高效液相色谱仪, 测得芍药苷平均加样回收率 100.1%, RSD 为 1.61% ($n=6$)。

2.10 样品测定 分别取 3 批小儿化毒散, 按“2.2”项方法制备供试液, 在上述色谱条件下测定, 按外标法

计算。结果 3 批样品中含量 2.009 ~ 2.140 mg · g⁻¹。

表 1 小儿化毒散中芍药苷加样回收率实验结果

Tab. 1 Results of recovery of paeoniflorin in xiao'er huadu powder

取样量/ g	原含量 mg	加入量 mg	测得含量	回收率/ %
0.251 0	0.509 8	0.500 2	1.002 9	98.58
0.249 6	0.507 0	0.500 2	1.010 2	100.60
0.250 1	0.508 0	0.500 2	1.019 6	102.28
0.263 1	0.534 4	0.500 2	1.026 4	98.36
0.246 9	0.501 4	0.500 2	1.008 9	101.46
0.258 4	0.524 8	0.500 2	1.021 1	99.22

3 讨论

小儿化毒散为《中华人民共和国药典》2010 年版一部收载品种, 无含量测定项目。笔者在本实验中对小儿化毒散中芍药苷进行含量测定, 运用高效液相色谱法测定 3 批小儿化毒散中芍药苷含量, 对小儿化毒散质量标准进行补充。本方法简便、快速、准确、重复性好, 可用于该制剂的质量控制^[6-7]。

选择提取条件时, 笔者先后考察了多种提取方法对本品提取效果的影响。实验证明, 超声处理方法和加热回流提取方法所得芍药苷较高, 但超声提取方法所得杂质少, 减少了色谱柱的污染。故最终选择超声提取。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (一部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 478.
- [2] 高茂玲, 闫幸. 小儿化毒散和小儿解毒方治疗新生儿脓疱疮临床研究 [J]. 中国社区医师 · 医学专业, 2011, 13 (3): 143-144.
- [3] 魁艳凤. 小儿化毒散治疗小儿手足口病口腔溃疡 67 例疗效观察 [J]. 齐齐哈尔医学院学报, 2011, 3(1): 89.
- [4] 孙新建, 李志浩, 吴进, 等. RP-HPLC 测定小儿化毒散中大黄素和大黄酚的含量 [J]. 中医药导报, 2010, 16(10): 93-95.
- [5] 冯丽, 李建晨, 戴敬. 小儿化毒散质量标准研究 [J]. 药物分析杂志, 1995, 15(增刊): 373-374.
- [6] 张国群. 新生儿沐浴的强化护理安全管理 [J]. 护理学杂志, 2011, 26(18): 64-65.
- [7] 江帆, 郭培果, 蔡晓静. RP-HPLC 测定痛经宁胶囊中芍药苷含量 [J]. 中国现代应用药学, 2010, 28(7): 741-743.

DOI 10.3870/yydb.2012.07.028