

# HPLC 法测定复方小儿疳积袋中栀子苷的含量

杜安全, 周正华, 王先荣 (安徽省医学科学研究所, 合肥 230061)

**摘要:** 建立用 HPLC 法测定复方小儿疳积袋中栀子苷含量的方法, 阴性对照无干扰。所建立的方法能准确、快速地进行定量检测。

**关键词:** 复方小儿疳积袋; 栀子; 栀子苷; HPLC

**中图分类号:** R284.1    **文献标识码:** D    **文章编号:** 1005-9903(2001)05-0007-02

复方小儿疳积袋由栀子、桃仁、花椒、葛根等四味药组成。该剂型是将这四味药研成粉末装入布袋中, 用时撒入一定浓度的芒硝溶液, 外敷于小儿肚脐部, 具有清疳积、消积滞、运脾助化等功效, 用于小儿疳积症。本方中栀子为主药, 而栀子苷为其主要成分, 我们选择栀子苷为定量成分, 用以控制本方的内在质量。

## 1 仪器和试剂

美国 waters600 型高效液相色谱仪, UV996 检测器, SB2200-T 超声仪, 十八烷基硅烷键合硅胶柱(3.9 × 300mm), 甲醇: 紫外光谱纯, 水: 重蒸馏水。栀子苷对照品: 中国生物制品鉴定所。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 测定波长: 将栀子苷以甲醇溶解, 经 UV 光谱检测, 其最大吸收波长 240nm。流动相: 甲醇-0.4% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (25: 75), 流速 1ml/min, 柱温 35℃, 在此条件下, 栀子苷能得到较好分离, 阴性对照无干扰。

**2.2 样品溶液的制备** 精密称取小儿疳积袋样品 0.4144g, 在索氏提取器中以甲醇提取 4h, 甲醇提取液置 100ml 量瓶中, 甲醇定容得样品溶液。另取不含栀子药材的样品作为阴性对照, 同法处理作为阴性对照液。

**2.3 线性关系考察** 精密称取栀子苷对照品 1.8673mg, 甲醇定容 25ml, 分别精密进样 1、2、4、6、8、10μl。进入色谱仪, 记录峰面积, 得标准曲线。

$$A = -8867 + 1435181C \quad r = 0.9999$$

**2.4 精密度** 取上述供试品溶液, 进样 5 次, 每次 5μl, 记录峰面积,  $RSD = 0.78\%$ 。

**2.5 重现性** 取批号为 20000418 的样品, 分别精密

称定 5 份, 同法制得供试品溶液, 记录峰面积, 由标准曲线求得含量,  $RSD = 1.06\%$ 。

**2.6 稳定性试验** 取同一份供试品溶液, 分别在 0、4、8、12、24h 测其含量, 发现在 24h 内峰面积几乎无变化, 说明在 24h 内样品溶液稳定,  $RSD = 1.16\%$ 。

**2.7 加样回收试验** 取批号 20000418 的样品 5 份, 精密称定, 分别加入栀子苷对照品, 测其含量, 求出样品中加样回收率, 见表 1。

表 1 栀子苷加样回收试验

| 样品重(g) | 加入栀子苷量(mg) | 测得量(mg) | 回收率(%) |
|--------|------------|---------|--------|
| 0.2522 | 2.9671     | 7.4058  | 98.86  |
| 0.2418 | 3.0121     | 7.2678  | 98.52  |
| 0.2463 | 2.9207     | 7.2556  | 103.02 |
| 0.2509 | 3.0209     | 7.4367  | 97.04  |
| 0.3426 | 3.3089     | 9.3387  | 98.61  |

$$RSD = 2.26\%$$

**2.8 三批样品的含量测定** 取批号 20000418、20000420、20000421 号三批样品照 2.2“样品溶液的制备”项下制备样品溶液, 同法测定, 峰面积依次为 531189, 500814, 483981, 含量依次为 1.76%, 1.69%, 1.63%。

## 3 结果与讨论

本法能快速准确地测定复方小儿疳积袋的含量, 由于栀子中栀子苷含量差异较大, 文献报道含量范围为 1.39%~5.86%<sup>[1]</sup>, 本方中栀子约占 40%, 所以应规定栀子苷含量大于 0.5%。

## 参考文献:

- [1] 童玉懿, 章观德, 相乐和彦, 等. 栀子及其制剂栀子甙的高压液相色谱分析[J]. 中国中药杂志, 1989, 14(4): 228-230.