

# HPLC 法测定栀子滴眼液中栀子苷的含量

郑芙蓉 周宏波 黄厚武 李珂<sup>1</sup>(武汉 430022 同济医科大学附属协和医院;<sup>1</sup>湖北省高等药检专科学校 94 级药药学系实习生)

栀子具有清热解毒、抗菌消炎、消肿的功能,是民间用于治疗眼科疾病的常用中药之一<sup>[1,2]</sup>。栀子滴眼液为本院药剂科研制的纯中药眼药水,并对家兔细菌性角膜炎进行了疗效观察,结果表明:其疗效显著,且在退红、消肿等方面优于诺氟沙星滴眼液。因此为控制其内在质量,以 HPLC 法测定了其有效成分栀子苷的含量。

## 实验部分

### 1 仪器、试剂与药品

1.1 仪器 高效液相色谱仪;510 泵;U6K 进样阀,484 紫外检测器(美国 Waters 公司)。

1.2 试剂与药品 硅胶 G(青岛海洋化工厂),实验用栀子样品经鉴定为茜草科植物山栀的果实(武汉市药材公司),栀子滴眼液(本院药剂科,批号:970217,970410,970419),栀子苷对照品经 HPLC 法鉴别为单一成分(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

### 2 高效液相色谱条件

色谱柱为 Bandapak<sup>TM</sup> C<sub>18</sub> μm, (3.9 × 300mm Column);流动相为甲醇-水(7:3),检测波长为 237nm,柱温 35℃,流速 1ml/min。

### 3 栀子苷薄层定性鉴别<sup>[1]</sup>

3.1 样品制备 供试品:栀子滴眼液;对照品:取栀子苷对照品适量加乙醇溶解制成 4mg/ml 的溶液。

3.2 方法与结果 照薄层色谱法试验<sup>[1]</sup>吸取上述 2 种溶液各 5ml 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,醋酸乙酯:丙酮:甲醇:水(5:5:1:1)为展开剂展开,取出晾干,喷以硫酸乙醇溶液(5→10),在 110℃ 烘约 10min,供试品在对照品相对应的位置上,出现褐色斑点,结果见图 1。

### 4 含量测定<sup>[4,5]</sup>

4.1 测定波长的选择 对栀子苷对照品的溶液适量于紫外 200~400nm 波长处扫描,结果在 237nm 波长处有最大吸收峰。样品溶液经扫描的最大吸收峰与对照品相同。

4.2 标准曲线 精密称取栀子苷对照品 7900mg,置 10ml 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度(贮备液),分别取贮备液 50,75,100,125,150 和 175μl,置 10ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,以甲醇为空白分别取 5μl



图 1 栀子滴眼液 TLC 图

注:1-栀子滴眼液;2-栀子苷对照品;⊙-为褐色斑点  
进样,测定峰面积,数据经统计回归方程:

$$C = -8.75 + (1.54E - 4) \times R, r = 0.9991$$

4.3 样品测定 取栀子滴眼液 0.01ml 置 10ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,以甲醇为空白进样 5μl,测定得峰面积,数据经回归方程统计计算出其含量,结果见表 1。

表 1 栀子滴眼液中栀子苷的含量测定结果/n=6

批号	含量/mg·ml <sup>-1</sup>	RSD/%
970217	13.20	0.089
970410	13.42	0.112
970419	13.01	0.105

4.4 回收率试验 取 4ml 样品溶液,其中加入 0.05ml 栀子苷对照品溶液,置 10ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,进样 5μl,测得数据得回归方程,计算其回收率,结果回收率达 99.13%(n=3)。

## 5 结论

测定三批样品的结果说明含量较近,重现性好,回收率较满意,测定方法简单,用以控制栀子滴眼液的质量简便可行。

## 参考文献

- 1 中国药典一部.1990:203 附录 57.
- 2 吴葆杰.中草药药理学第 1 版.北京人民卫生出版社,1983:153.
- 3 唐盈.中药通报,1988,13(16):18.
- 4 刘燕,等.中国中药杂志,1993,18(5):298.
- 5 韩晋,等.中国药学杂志,1995,30(3):166.