

## HPLC 测定银菊清解片中蒙花苷的含量

刘元, 宋志钊, 李文琪

(广西中医药研究院, 南宁 530022)

**[摘要]** 目的: 建立银菊清解片中蒙花苷的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, 以 Appollo C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 为分离柱, 以甲醇-2% 冰醋酸(52:48) 为流动相, 326 nm 为检测波长, 柱温为室温。结果: 蒙花苷在 0.024 9~0.398 9 μg, 峰面积与其质量浓度呈良好线性关系( $r=0.999\ 8$ ), 平均回收率为 101.5%, RSD 1.91% ( $n=6$ )。结论: 方法简便、准确、重复性好, 可作为该制剂含量测定。

**[关键词]** 银菊清解片; 高效液相色谱; 蒙花苷

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)12-0083-02

## Determination of Buddleoside in Yinju Qingjie Tablets by HPLC

LIU Yuan, SONG Zhi-zhao, LI Wen-qi

(Guangxi Institute of Chinese Medicine & Pharmaceutical Science, Nanning 530022, China)

**[Abstract]** **Objective:** To set up a method for determination of the content of buddleoside in Yinju-qingjie tablets. **Method:** HPLC method was used; chromatographic condition included Appollo C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) and the mobile phase consisting of methanol-2% acetic acid (52:48), with a detection wavelength at 326 nm and the temperature at room temperature. **Result:** The calibration curves were linear in the range of 0.024 9-0.398 9 μg for buddleoside ( $r = 0.999\ 8$ ); the average recovery of buddleoside was 101.5% with RSD of 1.91% ( $n = 6$ ). **Conclusion:** The method is simple, accurate, reproducible and can be used for the determination of the preparations.

**[Key words]** Yinju Qingjie tablets; HPLC; buddleoside

银菊清解片是由忍冬藤、野菊花、桑叶、痰火草、岗梅、对乙酰氨基酚等制备而成的中西药复方制剂, 具有辛凉透表, 清热解毒之功效, 用于外感风热, 发热恶寒, 头痛咳嗽, 咽喉肿痛。其标准在《中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂》第 5 册<sup>[1]</sup> 已有记载, 其制剂中质量标准研究已有报道<sup>[2]</sup>, 但只有对乙酰氨基酚、马来酸氯苯那敏鉴别及分光光度法含量测定, 标准相对较低, 无法全面评价银菊清解片的内在质量。为了控制其质量, 笔者采用 HPLC 测定银菊清解片中野菊花的蒙花苷成分的含量, 结果令人满意。

### 1 仪器与试剂

LC-20ATVP 日本岛津液相色谱仪, SPD-20AVP

检测器, 威玛龙色谱工作站。蒙花苷对照品(批号 111528-200605, 按 95.9% 计) 购于中国药品生物制品检定所。水为高纯水, 乙腈为色谱纯, 其余所用试剂均为分析纯。银菊清解片, 广西邦琪药业有限公司提供(批号 100323, 100325, 100327)。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Appollo C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 检测波长 326 nm, 流动相甲醇-2% 冰醋酸(52:48), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温为室温, 理论塔板数按蒙花苷峰计算不低于 2 000。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取蒙花苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 10 mg·L<sup>-1</sup> 的溶液, 即得(必要时加热)。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 20 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 混匀, 取细粉 0.6 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇溶液 25 mL, 称定质量, 超声处理 30 min(90 W, 45 kHz), 放冷, 再称定质

**[收稿日期]** 20101022(002)

**[第一作者]** 刘元, 高级实验师, 从事中药药理学研究与新药开发, Tel: 0771-5868275, E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

量,用 50% 甲醇补足缺失的质量,摇匀,滤过,即得。

**2.4 阴性对照溶液的制备** 按银菊清解片处方和方法制备缺野菊花的阴性样品,精密称定 0.6 g,按

**2.3 项下方法**制备缺野菊花阴性样品供试液。

**2.5 标准曲线及线性范围考察** 精密称取蒙花苷对照品(按 95.9% 计)10.4 mg,置 25 mL 量瓶中,用甲醇作为溶剂,置 50 ℃ 水浴加热 5 min 使其完全溶解,甲醇稀释至刻度,摇匀,制成 416 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液,精密吸取 2.5 mL,置 10 mL 量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,制成 104 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液,备用。分别精密吸取 104 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 2.0, 4.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,进样 10 μL,测定,计算(蒙花苷对照品按 95.9% 计),以对照品进样量为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线,回归方程为  $Y = 2\,474\,281.9X - 4\,640.4$  ( $r = 0.999\,8$ )。

**2.6 精密度试验** 分别吸取同一供试品溶液,进样 5 次,依次测定。结果供试品 RSD 2.14%。

**2.7 重复性试验** 取同一批号(100327)样品,按供试品溶液制备方法制备 6 份,分别进样,测定。结果测得蒙花苷含量为 98.2 μg/片, RSD 0.75% ( $n = 6$ )。表明该方法重复性良好。

**2.8 稳定性试验** 取同一供试品溶液分别于 0, 4, 8, 12, 16 h 进行测定。结果供试品中蒙花苷含量的 RSD 1.74%, 表明供试品溶液在 16 h 内保持稳定。

**2.9 加样回收试验** 取已测知含量(100 327, 98.2 μg/片, 除去包衣后平均片重 0.411 7 g)的供试品 6 份, 每份 0.3 g, 加入 416 mg·L<sup>-1</sup>蒙花苷对照品溶液 0.2 mL。按供试液制备项下方法进行提取,测定,结果蒙花苷平均回收率 101.5%, RSD 1.91% ( $n = 6$ ), 结果见表 1, 图 1。

表 1 蒙花苷加样回收试验 ( $n = 6$ )

No.	取样量 /g	样品中含量 /μg	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.302 4	72.13	79.79	154.89	103.7		
2	0.300 2	71.60	79.79	150.80	99.3		
3	0.301 0	71.80	79.79	154.03	103.0	101.5	1.91
4	0.300 1	71.58	79.79	151.21	99.8		
5	0.300 0	71.56	79.79	153.85	103.1		
6	0.298 7	71.25	79.79	151.27	100.3		

**2.10 阴性对照实验** 按银菊清解片处方和方法制备缺野菊花的阴性样品,精密称取 0.6 g,按供试品

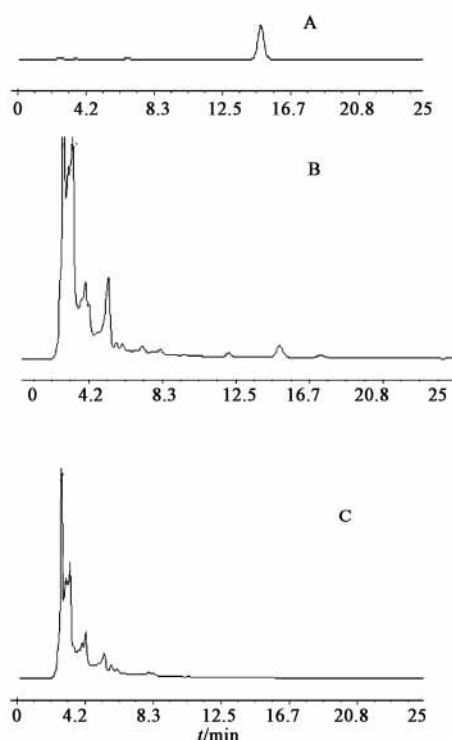


图 1 银菊清解片高效液相色谱

A. 蒙花苷对照品; B. 银菊清解片样品; C. 阴性对照

溶液制备方法制备缺野菊花阴性样品供试液,测定。阴性样品溶液在蒙花苷峰位置无吸收峰出现,即阴性无干扰,进一步说明蒙花苷来源于野菊花。

**2.11 样品测定** 按供试液的制备及检测方法,分别测定 3 个批号的样品,结果蒙花苷含量为 96.4, 98.0, 97.8 μg/片。

### 3 讨论

银菊清解片在质量控制标准中并无任何的中药含量测定方法和指标,而且也未见对其制剂中中药含量测定方面的有关报道。在 2010 年版《中国药典》一部中收录了野菊花的含量测定方法,因而采用专属性强,灵敏度高的液相色谱法测定野菊花中指标性成分蒙花苷的含量,可作为本品质量控制的指标之一。从实验结果看,本分析方法精密度高,准确度、重复性都比较好,并且操作简便、快捷,可更好地控制产品质量。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准. 第 5 册[S]. 1992:162.
- [2] 黄诺嘉, 黄小瑜. 银菊清解片的质量标准研究[J]. 中成药, 2003, 25(1): 40.

[责任编辑 蔡仲德]