

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021160

紫菀配方颗粒

Ziwan Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物紫菀 *Aster tataricus* L.f. 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取紫菀饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 33%~50%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色颗粒；气微，味微甘、微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取紫菀对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 5 μ l，对照药材溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（5：3：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

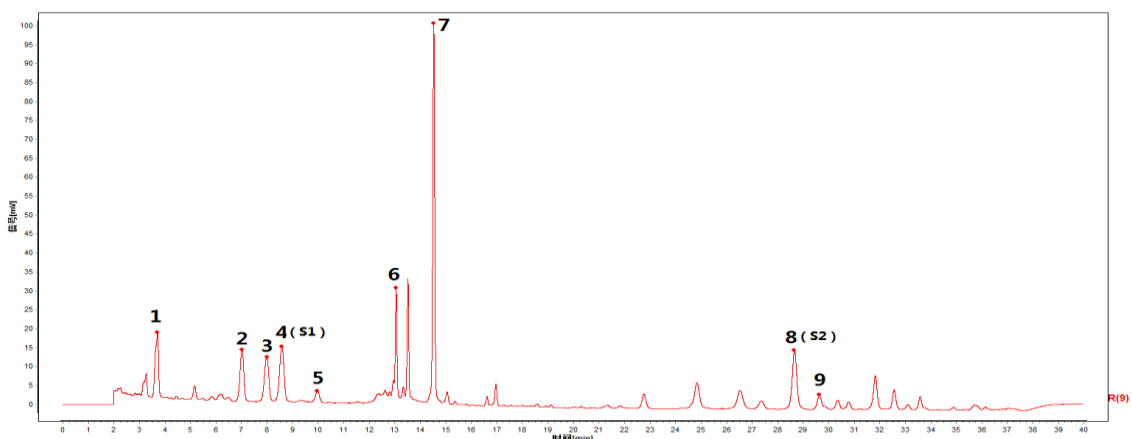
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取紫菀对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 各含 15 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4、峰 8 应分别与绿原酸对照品、1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与绿原酸参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5、峰 6、峰 7 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内。规定值为：0.42（峰 1）、0.80（峰 2）、0.92（峰 3）、1.11（峰 5）、1.39（峰 6）、1.55（峰 7）；与 1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸参照物相应的峰为 S2 峰，计算 9 号峰与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：1.03（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1: 新绿原酸; 峰 3: 隐绿原酸; 峰 4 (S1): 绿原酸; 峰 5: 咖啡酸;
 峰 7: 1,3-*O*-二咖啡酰奎宁酸; 峰 8 (S2): 1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸
 色谱柱: ZORBAX SB-Aq, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 14.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定

色谱条件与系统适用性试验 以亲水改性的烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 100mm，内径为 2.1 mm，粒径为 1.8μm)；以四氢呋喃-甲醇（1：4）为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速每分钟 0.35ml；柱温为 35℃；检测波长为 327nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	9→11	91→89
10~11	11→21	89→79
11~17	21→26	79→74
17~25	26	74
25~36	26→38	74→62

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 15μg 的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1~2μl，注入液相色谱仪，测定。

以绿原酸对照品为参照，以其相应的峰为 S 峰，计算新绿原酸，隐绿原酸，咖啡酸，1,3-*O*-二咖啡酰奎宁酸和 1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内（若相对保留时间偏离超过 10%，则应以相应的被替代对照品确证为准）。相对保留时间及校正因子见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间（RT）	相对校正因子（F）
新绿原酸	0.42	0.98
隐绿原酸	0.92	1.09
绿原酸（S）	1.00	1.00
咖啡酸	1.11	0.55
1,3- <i>O</i> -二咖啡酰奎宁酸	1.55	0.87
1,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎宁酸	3.12	0.81

以绿原酸的峰面积为对照，分别乘以相对校正因子，计算新绿原酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-*O*-二咖啡酰奎宁酸、1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸、绿原酸的含量。

本品每 1g 含绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉)、新绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉)、隐绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉)、咖啡酸 (C₉H₈O₄)、1,3-*O*-二咖啡酰奎宁酸 (C₂₅H₂₄O₁₂) 和 1,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 (C₂₅H₂₄O₁₂) 的总量应为 1.40mg~5.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。