

# 国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021081

## 菊花配方颗粒

Juhua Peifangkeli

**【来源】** 本品为菊科植物菊 *Chrysanthemum morifolium* Ramat. 的干燥头状花序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】** 取菊花饮片 3500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 20%~28%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

**【性状】** 本品为棕色至棕褐色的颗粒; 气清香, 味甘、微苦。

**【鉴别】** 取本品 0.6g, 研细, 加稀盐酸 1ml 与乙酸乙酯 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取菊花对照药材 1g, 加石油醚(30~60℃) 20ml, 超声处理 10 分钟, 弃去石油醚, 药渣挥干, 加稀盐酸 1ml 与乙酸乙酯 50ml, 同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。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 1 $\mu$ l、对照药材溶液 0.5 $\mu$ l、对照品溶液 1 $\mu$ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1:15:1:1:2) 的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应的位置上, 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** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8 $\mu$ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 43℃; 检测波长为 348nm。理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 50000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~11	8→16	92→84
11~26	16→20	84→80
26~45	20→43	80→57

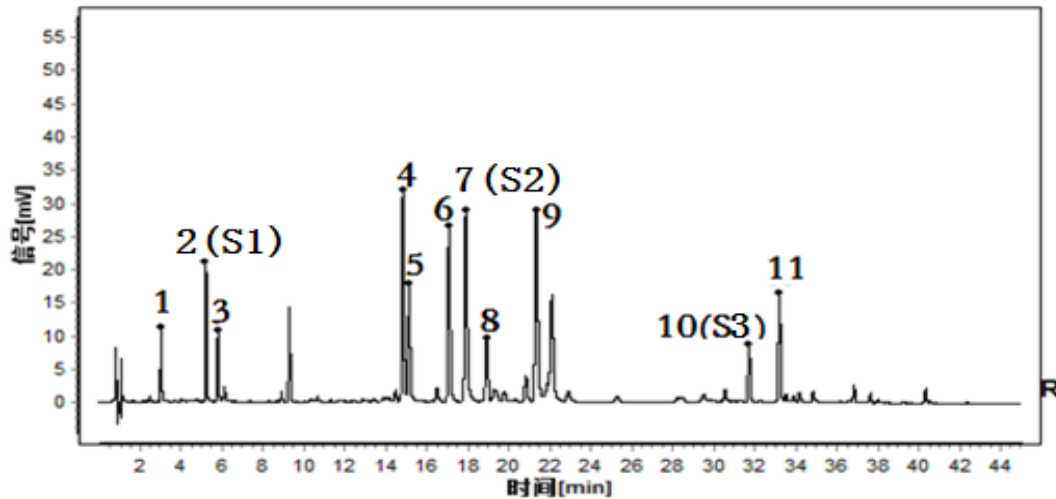
**参照物溶液的制备** 取菊花对照药材 0.4g, 置具塞锥形瓶中, 加 70% 甲醇 25ml, 加热回流 40 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰

基奎宁酸对照品、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品、木犀草苷对照品、蒙花苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的混合溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25ml，加热回流 40 分钟，放冷，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 11 个特征峰，并与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应，其中 5 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3 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：0.59(峰 1)、1.12(峰 3)，与 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 6、峰 8 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：0.84(峰 5)、0.95(峰 6)、1.05(峰 8)；与蒙花苷参照物峰相对应的峰为 S3 峰，计算峰 11 与 S3 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：1.05(峰 11)。



#### 对照特征图谱

峰 2 (S1): 绿原酸; 峰 4: 木犀草苷; 峰 7 (S2): 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸;

峰 9: 4,5-二-*O*-咖啡酰基奎宁酸; 峰 10 (S3): 蒙花苷

色谱柱 HSS T3 C18, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.8 $\mu$ m

**【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】** 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 30.0%。

**【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** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 348nm。理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 8000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
---------	-----------	-----------

0~11	10→18	90→82
11~30	18→20	82→80
30~40	20	80

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品、木犀草苷对照品、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 70% 甲醇制成每 1ml 各含 40 $\mu$ g 的混合溶液，即得（10 $^{\circ}$ C 下保存）。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 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 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）应为 3.0mg~8.0mg，含木犀草苷（ $C_{21}H_{20}O_{11}$ ）应为 4.0mg~13.0mg，含 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸（ $C_{25}H_{24}O_{12}$ ）应为 5.0mg~19.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

**【贮藏】** 密封。