

刘寄奴配方颗粒

Liujinu Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物奇蒿 *Artemisia anomala* S. Moore 的干燥地上部分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】 取刘寄奴饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.1%~15.2%），加辅料适量，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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加水 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液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 3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品，加甲醇制成每 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，分别吸取供试品溶液 2~5 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5:4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与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 1.6 μ 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 35℃；检测波长为 325nm。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（%）
0~6	10→16	90→84
6~8	16→19	84→81
8~13	19→21	81→79
13~20	21→50	79→50
20~22	50→60	50→40

参照物溶液的制备 同〔含量测定〕项。

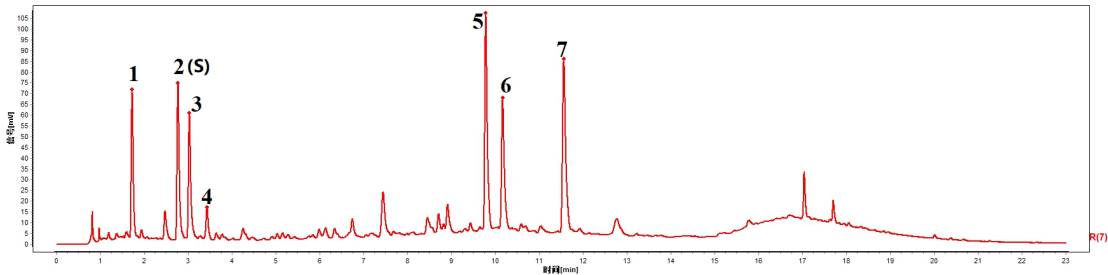
供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分

江西省中药配方颗粒标准

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，作为供试品溶液。

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

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，其中峰 2、峰 5、峰 6、峰 7 应分别与绿原酸对照品、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸参照物相应的峰为 S 峰，计算特征峰 1、峰 3、峰 4 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.62（峰 1）、1.09（峰 3）、1.24（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2（S）：绿原酸；峰 3：隐绿原酸；峰 4：咖啡酸
峰 5：3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；峰 6（S2）：3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸
峰 7：4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸

色谱柱：CORTECS UPLC T3（2.1mm×100mm，1.6μm）

- 【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；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 ~ 4	9→17	91→83
4 ~ 16	17	83

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每

江西省中药配方颗粒标准

1ml 含绿原酸 25 μ g、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸 40 μ g、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 20 μ g、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸 40 μ g 的溶液，即得。

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 50%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 50%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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）的总量应为 1.5mg~17.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。

起草单位：江阴天江药业有限公司

复核单位：辽宁省药品检验检测院；鉴甄检测技术（上海）有限公司