

【一】品种说明

【来源】本品为菊科植物 *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配方颗粒。

【制法】取菊花饮片 3500 g，加水煎煮，滤过，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 1000 g，即得。

【性状】本品为浅棕色至深棕色的颗粒；气清香，味甘、微苦。

【二】特征图谱

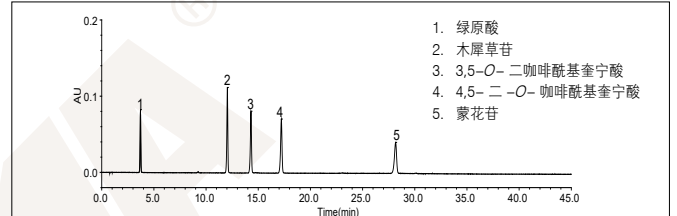
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取菊花对照药材 0.4 g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25 mL，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- <i>O</i> -二咖啡酰基奎宁酸对照品、4,5-二- <i>O</i> -咖啡酰基奎宁酸对照品、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 1 mL 各含 0.1 mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25 mL，加热回流 40 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)	
流动相	A: 乙腈	B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/% B/%
	0~11	8 → 16 92 → 84
	11~26	16 → 20 84 → 80
	26~45	20 → 43 80 → 57
流速	0.3 mL/min	
进样量	1 μL	
柱温	43 °C	
检测波长	348 nm	
仪器	Waters H-class UPLC	

对照品图谱

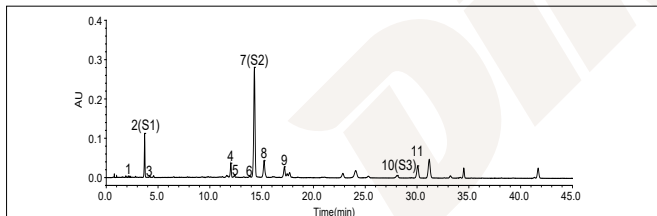


峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	3.714	365719	16994	—
2	12.041	717062	85358	57.85
3	14.304	622556	82999	12.05
4	17.213	675054	78156	12.67
5	28.165	594229	85959	33.72

* 理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 50000。

3、实验图谱

对照药材图谱

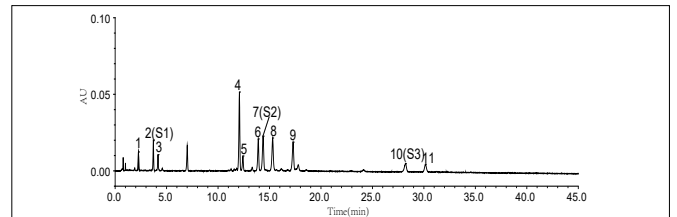


峰 2(S1): 绿原酸; 峰 4: 木犀草苷; 峰 7(S2): 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸;
峰 9: 4,5-二-*O*-咖啡酰基奎宁酸; 峰 10(S3): 蒙花苷
色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm × 150 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	2.265	8015	9758	—
2(S1)	3.709	477130	18876	14.66
3	4.167	10672	25167	4.09
4	12.029	226633	81875	55.37
5	12.376	28670	91052	2.01
6	13.845	16601	74914	8.23
7(S2)	14.300	2454127	62309	2.17
8	15.237	425500	59095	3.76
9	17.196	212867	86628	7.80
10(S3)	28.087	91026	84479	34.32
11	30.066	377708	137509	5.47

* 理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 50000。

供试品图谱



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: Endeavorsil® C18, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	相对峰面积	理论塔板数 *	分离度
1	2.267	0.61	0.59	0.53~0.65	43199	9503	—
2(S1)	3.713	1.00	1.00	—	83113	19705	14.24
3	4.166	1.12	1.12	1.01~1.23	44566	23305	4.05
4	12.074	—	—	—	322321	86290	55.76
5	12.417	0.86	0.84	0.76~0.92	61150	89734	1.98
6	13.905	0.97	0.95	0.86~1.05	148100	90263	8.08
7(S2)	14.374	1.00	1.00	—	192814	63436	2.20
8	15.302	1.06	1.05	0.95~1.16	197218	66312	3.86
9	17.289	—	—	—	168114	80923	7.99
10(S3)	28.209	1.00	1.00	—	74966	87434	33.96
11	30.152	1.07	1.05	0.95~1.16	66868	123546	5.18

* 理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 50000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm (Cat#87003) 检测菊花配方颗粒的特征峰，供试品图谱中呈现 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；与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3 与 S1 峰的相对保留时间分别为 0.61(峰 1)、1.12(峰 2)；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 峰的相对保留时间分别为 0.86(峰 5)、0.97(峰 6)、1.06(峰 8)；与蒙花苷参照物峰相对应的峰为 S3 峰，计算峰 11 与 S3 峰的相对保留时间为 1.07(峰 11)，均在规定的 ± 10% 范围之内，符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

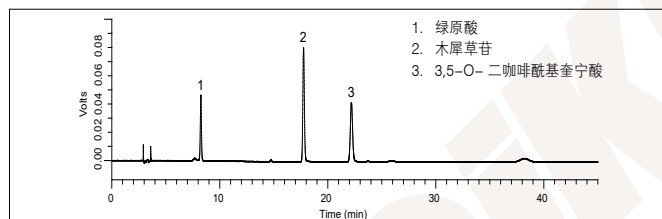
制备方法	对照品溶液 取绿原酸对照品、木犀草苷对照品、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加70%甲醇制成每1 mL各含40 μg的混合溶液，即得(10℃下保存)。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇50 mL，密塞，称定重量，超声处理40分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat#99403)		
流动相	A: 乙腈	B: 0.1% 磷酸溶液	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~11	10 → 18	90 → 82
	11~30	18 → 20	82 → 80
	30~40	20	80
流速	1.0 mL/min		
进样量	10 μL		
柱温	30 °C		
检测波长	348 nm		
仪器	岛津 LC-2040C		

3、实验图谱

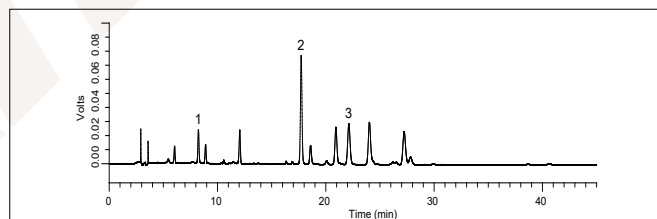
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	拖尾因子	分离度
1	8.246	348736	28365	0.97	—
2	17.753	804556	72970	1.10	41.44
3	22.184	620208	51956	1.07	13.58

* 理论板数按 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 8000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	拖尾因子	分离度
1	8.239	178764	27795	1.01	—
2	17.725	778309	72037	1.05	41.08
3	22.125	450492	45007	1.04	12.91

* 理论板数按 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 8000。

4、实验结果

经测定本品每1 g含绿原酸(C₁₆H₁₈O₉)为5.1 mg，在方法规定的范围内(3.0 mg~8.0 mg)；含木犀草苷(C₂₁H₂₀O₁₁)为9.5 mg，在方法规定的范围内(4.0 mg~13.0 mg)；含3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸(C₂₅H₂₄O₁₂)为7.4 mg，在方法规定的范围内(5.0 mg~19.0 mg)。