

【一】品种说明

【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 1500 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为黄色至黄棕色颗粒；气微，味微甘、微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

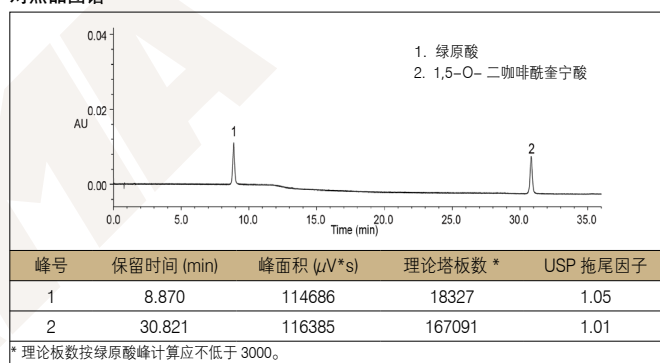
制备方法 **参照物溶液** 取紫菀对照药材 0.5 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 各含 15 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.3 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 15 mL，密塞，称定重量，超声处理 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。

2、分析条件

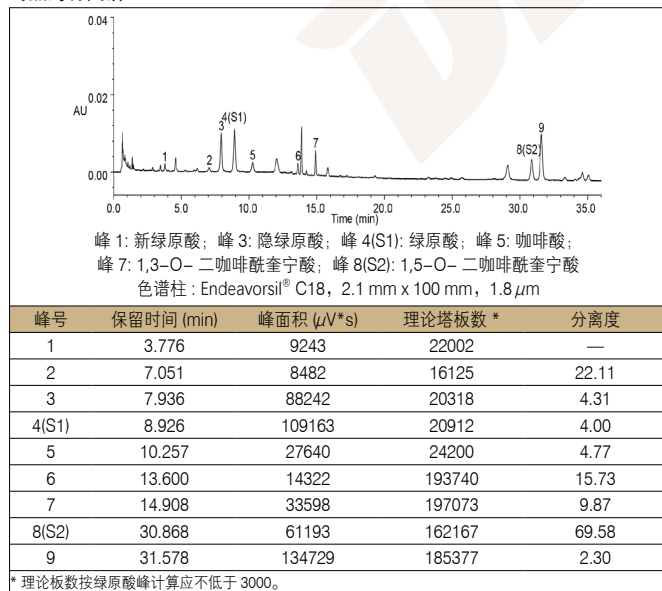
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 四氢呋喃 : 甲醇 (1 : 4)	B: 0.1% 甲酸溶液	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~10	9 → 11	91 → 89
	10~11	11 → 21	89 → 79
	11~17	21 → 26	79 → 74
	17~25	26	74
	25~36	26 → 38	74 → 62
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	327 nm		
仪器	Waters H-class UPLC		

对照品图谱

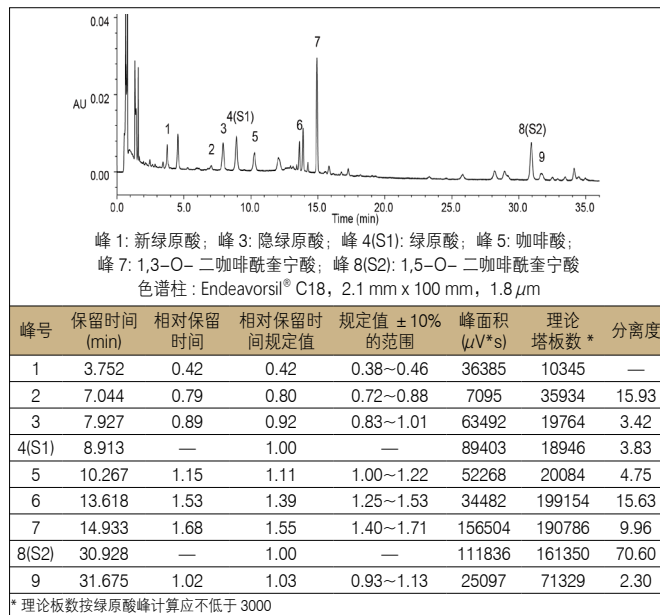


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测紫菀配方颗粒的特征峰，供试品图谱中呈现 9 个特征峰，并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 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 峰的相对保留时间分别为 0.42(峰 1)、0.79(峰 2)、0.89(峰 3)、1.15(峰 5)、1.53(峰 6)、1.68(峰 7)，均在规定值的 \pm 10% 范围之内；与 1,5-O-二咖啡酰奎宁酸参照物相应的峰为 S2 峰，计算峰 9 与 S2 峰的相对保留时间为 1.02(峰 9)，在规定值的 \pm 10% 范围之内，符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

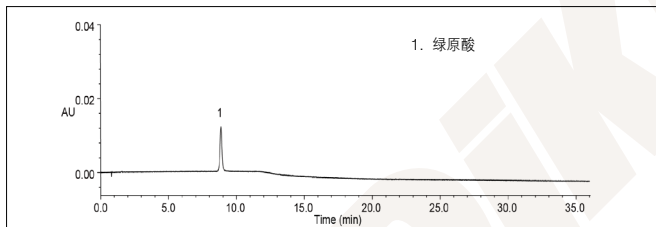
制备方法	对照品溶液	取绿原酸对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 含 15 μ g 的溶液，摇匀，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 四氢呋喃: 甲醇 (1:4)		B: 0.1% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	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
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	327 nm		
仪器	Waters H-class UPLC		

3、实验图谱

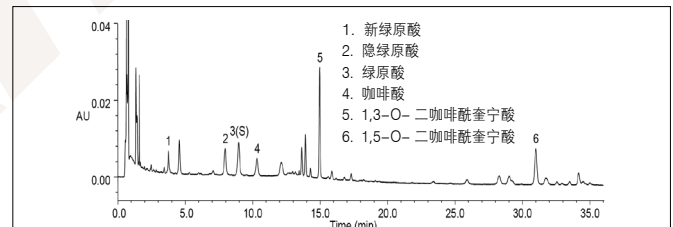
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子
1	8.856	122524	18250	1.03

* 理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

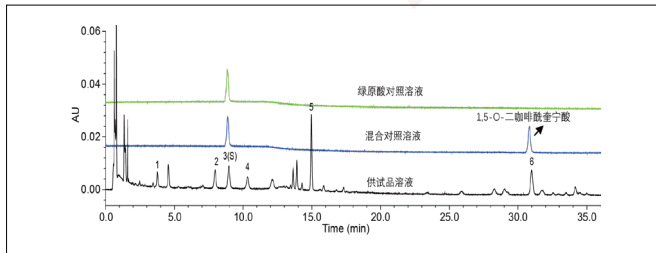
供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值 $\pm 10\%$ 的范围	规定值 $\pm 10\%$ 的范围	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度	校正因子
1	3.755	0.42	0.42	0.38~0.46	35137	11132	—	0.98
2	7.962	0.89	0.92	0.83~1.01	64492	16758	22.11	1.09
3	8.966	—	1.00	—	88504	18522	3.99	1.00
4	10.320	1.15	1.11	1.00~1.22	52038	21703	4.65	0.55
5	14.964	1.67	1.55	1.40~1.71	152349	190207	20.79	0.87
6	30.994	3.46	3.12	2.81~3.43	109771	157265	72.43	0.81

* 理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

不同溶液对比图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测紫菀配方颗粒，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分别为 0.42、0.89、1.15、1.67，均在 规定值 $\pm 10\%$ 范围内，符合方法要求。计算 1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的相对保留时间为 3.46，以相应对照品确认。

经测定本品每 1 g 含绿原酸 ($C_{16}H_{18}O_9$)、新绿原酸 ($C_{16}H_{18}O_9$)、隐绿原酸 ($C_{16}H_{18}O_9$)、咖啡酸 ($C_9H_8O_4$)、1,3-O-二咖啡酰奎宁酸 ($C_{25}H_{24}O_{12}$) 和 1,5-O-二咖啡酰奎宁酸 ($C_{25}H_{24}O_{12}$) 的总量为 2.71 mg，在方法规定的范围内 (1.40 mg~5.50 mg)。