

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024023

冬葵果配方颗粒

Dongkuiguo Peifangkeli

【来源】 本品为锦葵科植物冬葵 *Malva verticillata* L. 的干燥成熟果实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】 取冬葵果饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.5%~15%），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】 本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微涩。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取冬葵果对照药材 5g，加水 100ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 30ml，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，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（17:5:6:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰，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〕咖啡酸项。

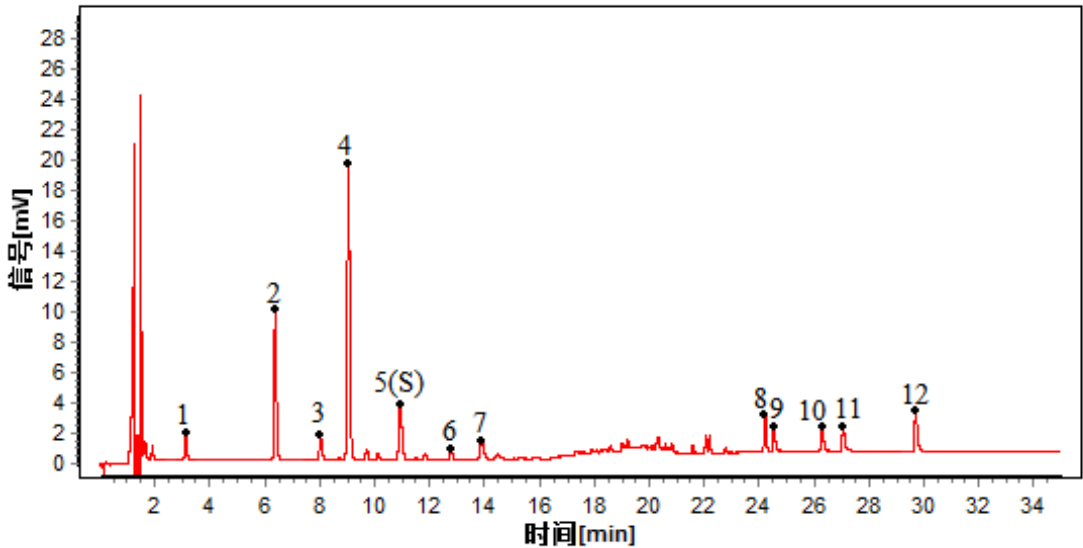
参照物溶液的制备 取冬葵果对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 50%乙醇 25ml，加热回流 4 小时，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液；另取咖啡酸对照品、4-香豆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含咖啡酸 4 μ g、4-香豆酸 2 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕咖啡酸项。

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 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 5 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与 4-香豆酸对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 3、峰 4、峰 6~12 与 S 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：0.72（峰 3）、0.82（峰 4）、1.17（峰 6）、1.28（峰 7）、2.36（峰 8）、2.38（峰 9）、2.53（峰 10）、2.63（峰 11）、2.88（峰 12）。计算峰 4 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 2.60。



对照特征图谱

峰 2：咖啡酸；峰 4：维采宁 II；峰 5（S）：4-香豆酸；峰 7：阿魏酸

色谱柱：BEH C18, 2.1mm×150mm, 1.7 μ 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 15.0%。

【含量测定】 总酚酸 对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品适量，精密称定，加 70%乙醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5ml、1ml、1.5ml、2ml、3ml、4ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 70%乙醇至 5.0ml，加 0.3%十二烷基硫酸钠 2.0ml 及 0.6%三氯化铁-0.9%铁氰化钾（1：0.9）混合溶液 1.0ml，混匀，在暗处放置 5 分钟，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，在暗处放置 20 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 700nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 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%乙醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液（避光备用）0.5ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加 70%乙醇至 5.0ml”起，依法测定吸光度，从标

准曲线上读出供试品溶液中咖啡酸的重量，计算，即得。

本品每 1g 含总酚酸以咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）计，应为 15.0mg~45.0mg。

咖啡酸 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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 0.30ml；柱温为 25℃；检测波长为 330nm。理论板数按咖啡酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~14	10→14	90→86
14~18	14→25	86→75
18~27	25→30	75→70
27~35	30→60	70→40

对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 4 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）应为 0.30mg~0.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。