水飞蓟配方颗粒

Shuifeiji　Peifangkeli

【来源】　本品为菊科植物水飞蓟 *Silybum marianum*（L.）Gaertn. 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】　取水飞蓟饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6%~10%），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】　本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】　取本品适量，研细，取 0.1g，加甲醇 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取水飞蓟对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取水飞蓟宾对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（10∶6∶1）为展开剂，展开二次，展距 15cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹约 1 分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】　照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 20.0%。

【特征图谱】　照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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；以甲醇为流动相 A，以 1%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30℃；检测波长为 287nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）

湖北省公示稿

0～15	15→25	85→75
15～30	25	75
30～35	25→28	75→72
35～45	28	72
45～50	28→33	72→67
50～58	33→36	67→64
58～71	36→39	64→61
71～79	39→45	61→55
79～95	45	55
95～106	45→53	55→47
106～111	53→100	47→0

参照物溶液的制备 取水飞蓟对照药材 1g，加水 100ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取水飞蓟宾对照品（含水飞蓟宾两个同分异构体标准物质）、花旗松素对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.12mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

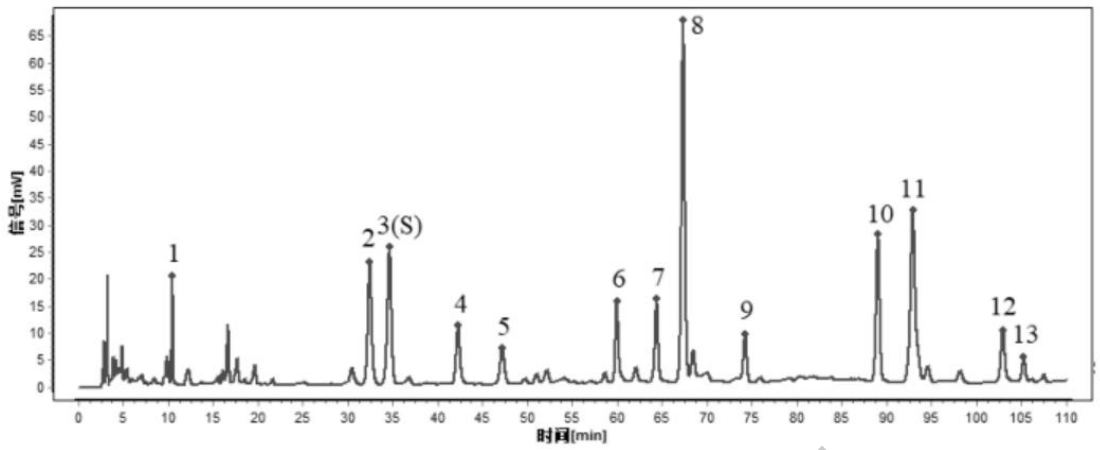
供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.1g，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40KHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 13 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 13 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 10、峰 11 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与花旗松素对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4~峰 9、峰 12、峰 13 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 0.30（峰 1）、0.94（峰 2）、1.22（峰 4）、1.36（峰 5）、

湖北省公示稿

1.73（峰 6）、1.86（峰 7）、1.94（峰 8）、2.14（峰 9）、2.97（峰 12）、3.04（峰 13）。



对照特征图谱

峰 3（S）：花旗松素；峰 8：水飞蓟亭；峰 10：水飞蓟宾；峰 11：水飞蓟宾；

峰 12：异水飞蓟宾 A；峰 13：异水飞蓟宾 B

色谱柱：TC C18，4.6mm×250mm，5μm

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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甲醇-水-冰醋酸（48∶52∶1）为流动相；检测波长为 287nm。理论板数按水飞蓟宾峰计算应不低于 5000。对照品溶液的制备 取水飞蓟宾对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.12mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 50ml，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 75%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 5μl 与供试品溶液 10μl，注入液相色谱仪，测定，以水飞蓟宾两个峰面积之和计算，即得。

本品每 1g 含水飞蓟宾（$C_{25}H_{22}O_{10}$）应为 10.5mg～38.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

湖北省公示稿