

款冬花国家药品标准拟修订草案（拟修订部分）公示稿

款冬花

Kuandonghua

FARFARAE FLOS

本品为菊科植物款冬 *Tussilago farfara* L. 的干燥未开放头状花序。12月或地冻前当花尚未出土时采挖，除去花序梗和泥沙，阴干或烘干。

**【性状】** 本品呈长圆棒状。单生或2~3个基部连生，长1~2.5cm，直径0.5~1cm。顶端稍膨大，下端渐细或带有残留的短梗，外面被有多数鱼鳞状总苞片。总苞片数层，略呈三角形，表面紫红色或淡红色，内表面及边缘有白色绵毛。花序基部苞叶近广卵形。除去总苞片，可见极细小的舌状花及管状花，具冠毛。体轻，质软韧，折断后，有白色橡胶丝样绵毛外露。气香，味微苦而辛。

**【鉴别】**（1）本品粉末棕色。非腺毛较多，单细胞，扭曲盘绕成团，直径5~24 $\mu$ m。腺毛略呈棒槌形，头部4~8细胞，柄部细胞2列。花粉粒细小，类球形，直径25~48 $\mu$ m，表面具尖刺，3萌发孔。冠毛分枝状，各分枝单细胞，先端渐尖。分泌细胞类圆形或长圆形，含黄色分泌物。

（2）取本品粉末1g，加乙醇20ml，超声处理1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取款冬花对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取款冬酮对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各2~5 $\mu$ l、对照品溶液2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-丙酮（6:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取异槲皮苷对照品、绿原酸对照品和芦丁对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取[鉴别]（2）项下的供试品溶液、对照药材溶液及上述对照品溶液各10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-水（8:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，挥干，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】**水分 不得过12.0%（通则0832第二法）。

总灰分 不得过 10.0% (通则 2302)。

【特征图谱】照高效液相色谱法 (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; 柱温为30℃; 检测波长为 220nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于6000。

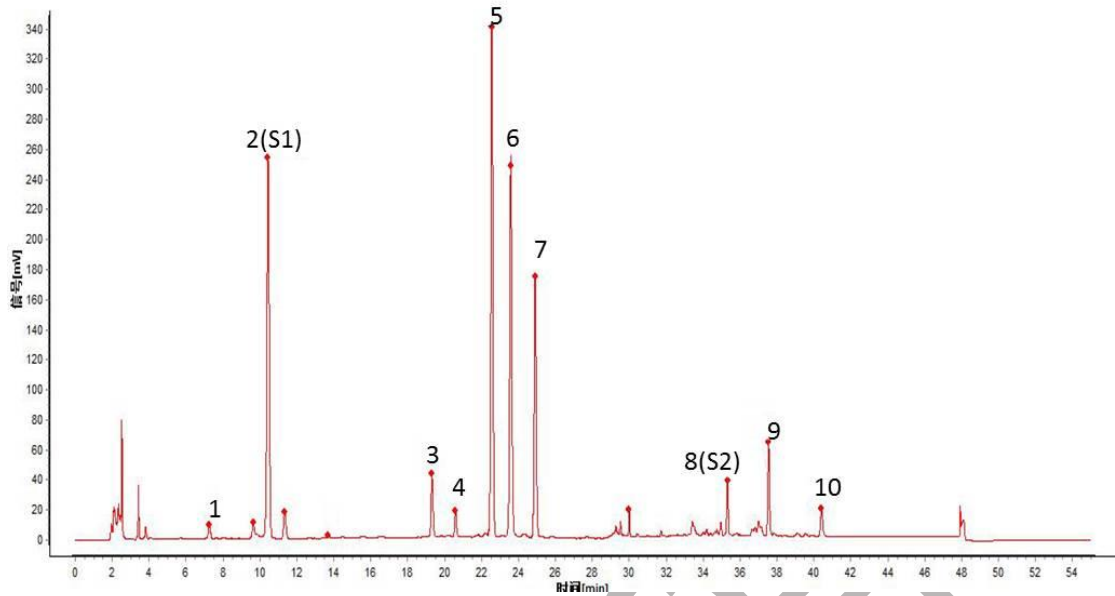
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	10→16	90→84
10~25	16→30	84→70
25~30	30→90	70→10
30~35	90→95	10→5
35~45	95	5

参照物溶液的制备 取款冬花对照药材0.5g, 加70%甲醇50ml, 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。另取绿原酸对照品、款冬酮对照品, 加70%甲醇制成每1ml含绿原酸40 μg、款冬酮50 μg的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品粉末 (过四号筛) 0.5g, 照对照药材参照物溶液的制备方法同法制成供试品溶液。

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

供试品色谱中应呈现10个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的10个特征峰的保留时间相对应。其中峰2、峰8应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物峰相对应的峰为S1峰, 计算峰1、峰3、峰4与S1峰的相对保留时间; 与款冬酮对照品参照物峰相对应的峰为S2峰, 计算峰5~7、峰9~10与S2峰的相对保留时间, 其相对保留时间均应在规定值的±10%范围之内。规定值为0.70 (峰1), 1.85 (峰3), 1.97 (峰4), 0.64 (峰5), 0.67 (峰6), 0.71 (峰7), 1.06 (峰9), 1.14 (峰10)。



**对照特征图谱**

峰1：新绿原酸；峰2（S1）：绿原酸；峰3：芦丁；峰4：异槲皮苷；

峰5：异绿原酸B；峰6：异绿原酸A；峰7：异绿原酸C；

峰8（S2）：款冬酮；峰10：甲基丁酰3,14-Z-去氢款冬素酯

参考色谱柱：Kromasil C18，4.6mm×250mm，5μm

**【浸出物】**照醇溶性浸出物测定法（通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 20.0%。

**【含量测定】**照高效液相色谱法（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（85：15）为流动相；检测波长为 220nm。理论板数按款冬酮峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取款冬酮对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 50 μg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过四号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）1 小时，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，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 20 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含款冬酮（ $C_{23}H_{34}O_5$ ）不得少于 0.070%。

**饮片**

**【炮制】款冬花** 除去杂质及残梗。

**【性状】【鉴别】【检查】【特征图谱】【浸出物】【含量测定】**同药材。

蜜款冬花 取净款冬花，照蜜炙法（通则 0213）用蜜水炒至不粘手。

**【性状】**本品呈长圆棒状。单生或2~3个基部连生，长1~2.5cm，直径0.5~1cm。

表面棕黄色或棕褐色，稍带黏性。具蜜香气，味微甜。

**【检查】总灰分** 同药材，不得过9.0%

**【浸出物】**同药材，不得少于22.0%。

**【鉴别】【检查】（水分）【特征图谱】【含量测定】**同药材。

**【性味与归经】**辛、微苦，温。归肺经。

**【功能与主治】**润肺下气，止咳化痰。用于新久咳嗽，喘咳痰多，劳嗽咳血。

**【用法与用量】**5~10g。

**【贮藏】**置干燥处，防潮，防蛀。

起草说明：款冬花药材修订来源项、性状项、鉴别项，增订水分、总灰分检查项、特征图谱项；款冬花饮片、蜜款冬花饮片修订性状、鉴别项，增订水分、灰分检查项、特征图谱项。

起草单位：北京市药品检验研究院

复核单位：天津市药品检验研究院

起草单位主要联系人：李铮 傅欣彤 010-52779633