

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024019

炒川楝子配方颗粒

Chaochuanlianzi Peifangkeli

【来源】 本品为楝科植物川楝 *Melia toosendan* Sieb. et Zucc. 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】 取炒川楝子饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 19%~31%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味酸、苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 3 次，每次 25ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取川楝子对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 60 分钟，离心，取上清液蒸干，残渣加甲醇 50ml，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 10~15μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇（10：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铝乙醇溶液，在 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对应的位置上，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 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 1.6μm）；以乙腈-甲醇（4：1）为流动相 A，以 0.3%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 30℃；0~19 分钟检测波长为 310nm，19~38 分钟检测波长为 360nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~8 | 3→8 | 97→92 |
| 8~16 | 8→11 | 92→89 |
| 16~19 | 11→19 | 89→81 |
| 19~27 | 19→20 | 81→80 |
| 27~31 | 20→36 | 80→64 |
| 31~38 | 36→45 | 64→55 |

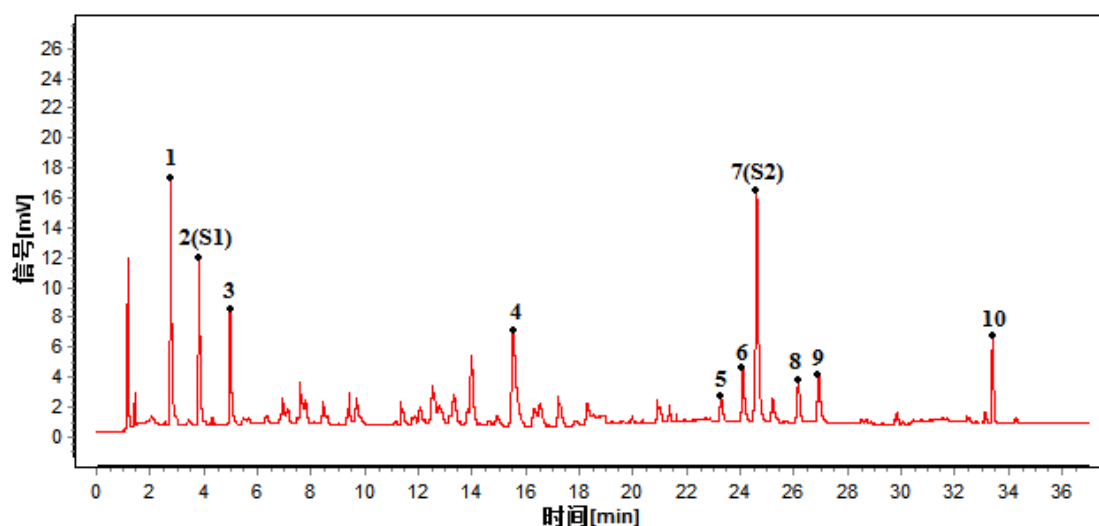
参照物溶液的制备 取川楝子对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 100ml，加热回流

60 分钟，放冷，离心，取上清液，沉淀再加水 100ml，重复提取一次，合并两次上清液，浓缩至 5ml，离心，取上清液，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1cm，柱高为 15cm），用水 50ml 洗脱，弃去水液，再用乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加 50%甲醇溶解，转移至 2ml 量瓶中，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取 5-羟甲基糠醛对照品、芦丁对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 各含 15 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 取本品适量，研细，取 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 10ml 使溶解，离心，取上清液 5ml，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1cm，柱高为 15cm），用水 50ml 洗脱，弃去水液，再用乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加 50%甲醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 50%甲醇至刻度，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 2 μ l，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，并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 7 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应；与 5-羟甲基糠醛对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3~4 与 S1 峰的相对保留时间；与芦丁对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5~6、峰 8~10 与 S2 峰的相对保留时间；其相对保留时间均应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.71（峰 1）、1.32（峰 3）、3.90（峰 4）、0.96（峰 5）、0.98（峰 6）、1.07（峰 8）、1.10（峰 9）、1.35（峰 10）。计算峰 2、峰 8 和峰 9 面积之和与 S2 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：0.3~3.5（峰 2）、不得小于 0.32（峰 8+9）。



对照特征图谱

峰 2（S1）：5-羟甲基糠醛；峰 4：香兰素；峰 5：松柏醛；峰 7（S2）：芦丁；

峰 8：苏-愈创木脂- β -松柏醛醚；峰 9：赤-愈创木脂- β -松柏醛醚；

色谱柱：CORTECST3 C18，2.1mm \times 150mm，1.6 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 27.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法-质谱法（中国药典 2020 年版通则 0512 和通则 0431）测定。

色谱、质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 50mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈-0.01%甲酸溶液（31：69）为流动相；采用三重四级杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）负离子模式下选择质荷比（m/z）573 离子进行检测。理论板数按川楝素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取川楝素对照品适量，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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 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-质谱联用仪，测定，以川楝素两个峰面积之和计算，即得。

本品每 1g 含川楝素（C₃₀H₃₈O₁₁）应为 0.40mg~1.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。