

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240046

### 盐吴茱萸（吴茱萸）配方颗粒

Yanwuzhuyu (wuzhuyu) Peifangkeli

【来源】本品为芸香科植物吴茱萸 *Euodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. 的干燥近成熟果实经炮制并按标准汤剂的主要质量标准加工制成的配方颗粒。

【制法】取盐吴茱萸（吴茱萸）饮片2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为22%~40%），加辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】本品为棕黄色至棕色的颗粒；气芳香浓郁，味辛辣而苦、咸。

【鉴别】取本品0.5g，研细，加乙醇10ml，静置30分钟，超声处理30分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取吴茱萸对照药材1g，加水25ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇10ml，同法制成对照药材溶液。再取吴茱萸次碱对照品、吴茱萸碱对照品，加乙醇分别制成每1ml含吴茱萸次碱0.2mg、吴茱萸碱1.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取供试品溶液与对照药材溶液各8μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-三氯甲烷-丙酮-甲醇-三乙胺（24：9：5.5：1：0.4）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相对应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；再以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显示清晰，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，显相同颜色的荧光主斑点。

【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250mm，内径为4.6mm，粒径为5μm）；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；流速为每分钟0.8ml；柱温为30℃；检测波长为254nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于5000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~6    | 8→11    | 92→89   |
| 6~20   | 11→16   | 89→84   |

## 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240046

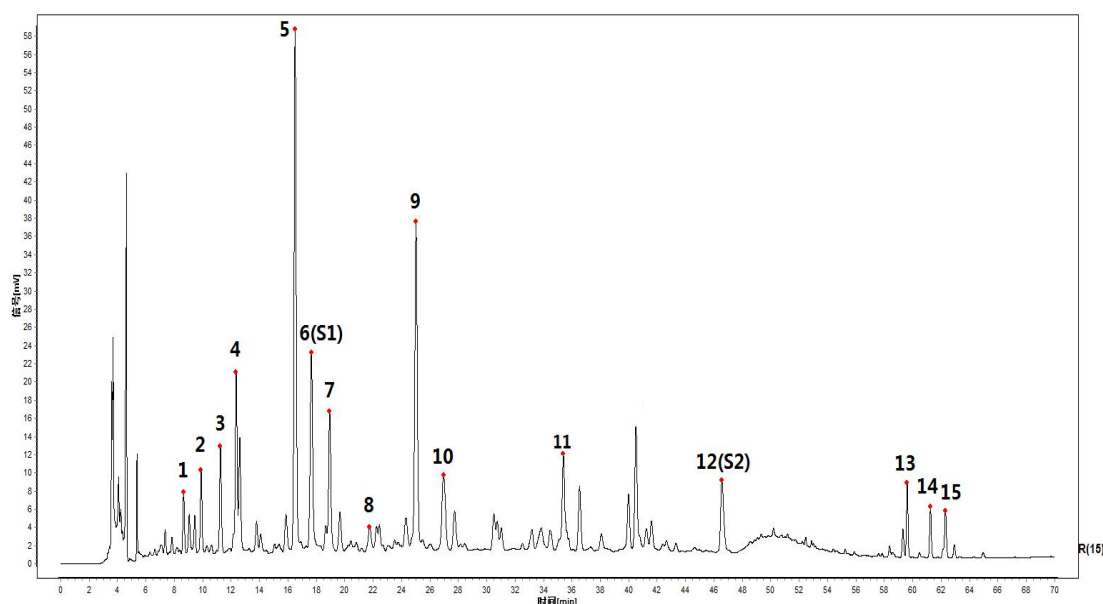
|       |       |       |
|-------|-------|-------|
| 20~30 | 16→20 | 84→80 |
| 30~42 | 20→25 | 80→75 |
| 42~50 | 25→48 | 75→52 |
| 50~64 | 48→70 | 52→30 |
| 64~70 | 70→95 | 30→5  |

**参照物溶液的制备** 取吴茱萸对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%乙醇溶液5ml，密塞，超声处理（功率600W，频率40kHz）20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、去氢吴茱萸碱对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含绿原酸0.1mg、去氢吴茱萸碱50μg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0.4g，置具塞锥形瓶中，加70%乙醇10ml，密塞，超声处理（功率600W，频率40kHz）20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2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现15个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的15个特征峰保留时间相对应，其中峰6、峰12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应的峰为S1峰，计算峰1~峰5、峰7~峰11与S1峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.49（峰1）、0.56（峰2）、0.64（峰3）、0.70（峰4）、0.94（峰5）、1.07（峰7）、1.23（峰8）、1.42（峰9）、1.53（峰10）、2.01（峰11）；与去氢吴茱萸碱对照品参照物峰相应的峰为S2峰，计算峰13~峰15与S2峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：1.28（峰13）、1.32（峰14）、1.34（峰15）。



对照特征图谱

峰4：新绿原酸；峰6（S1）：绿原酸；峰7：隐绿原酸；峰8：咖啡酸；峰11：金丝桃苷；

峰12（S2）：去氢吴茱萸碱；峰14：吴茱萸碱；峰15：吴茱萸次碱

色谱柱：TC-C18，4.6mm×250mm，5μm

【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】取本品适量，研细，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，用乙醇作溶剂，不得少于16.0%。

【含量测定】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250mm，内径为4.6mm，粒径为5μm）；以[乙腈-四氢呋喃]（25：5）-0.02%磷酸溶液（35：65）为流动相；检测波长为215nm。理论板数按柠檬苦素峰计算应不低于3000。

**对照品溶液的制备** 取吴茱萸碱对照品、吴茱萸次碱对照品、柠檬苦素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含吴茱萸碱30μg和吴茱萸次碱15μg、柠檬苦素50μg的混合溶液，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，精密加入甲醇10ml，密塞，称定重量，超声提取（功率600W，频率40kHz）20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。

宁夏回族自治区药品监督管理局  
中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240046

---

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含吴茱萸碱（ $C_{19}H_{17}N_3O$ ）和吴茱萸次碱（ $C_{18}H_{13}N_3O$ ）的总量应为0.60mg~3.0mg，含柠檬苦素（ $C_{26}H_{30}O_8$ ）应为1.8mg~10.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片2.5g。

**【贮藏】** 密封。