

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021195

制吴茱萸（吴茱萸）配方颗粒

Zhiwuzhuyu (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指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取制吴茱萸饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 24%~32%），干燥（或干燥、粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气芳香浓郁，味辛辣而苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加乙醇 10ml，静置 30 分钟，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取吴茱萸对照药材 1g，加水 25ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。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 和吴茱萸碱 1.5mg 的混合溶液，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，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 5 μ l、对照品溶液 2 μ l，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 $^{\circ}$ C 下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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，柱内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m），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 0.4ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按吴茱萸碱峰计算不得低于 10000。

时间	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~4	4	96
4~9	4 \rightarrow 11	96 \rightarrow 89
9~10	11	89
10~14	11 \rightarrow 18	89 \rightarrow 82
14~20	18	82
20~22	18 \rightarrow 35	82 \rightarrow 65
22~26	35 \rightarrow 40	65 \rightarrow 60

26~30	40	60
30~31	40→80	60→20
31~33	80	20
33~34	80→4	20→96

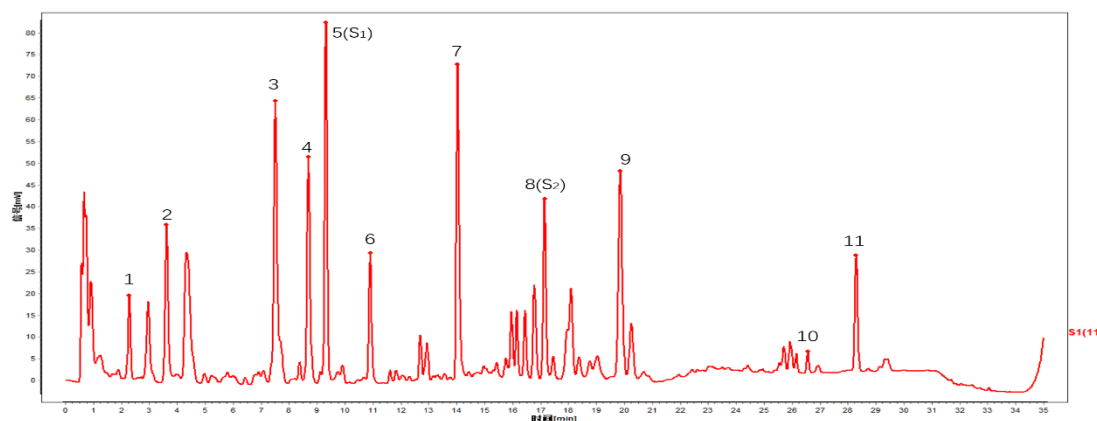
参照物溶液的制备 取吴茱萸对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，加热回流提取 50 分钟，取出，放冷，摇匀，离心，取上清液，减压浓缩至干，残渣加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取绿原酸对照品、去氢吴茱萸碱对照品、金丝桃苷对照品、吴茱萸碱对照品、甘草酸铵对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含绿原酸 30 μ g、去氢吴茱萸碱 25 μ g、金丝桃苷 20 μ g、吴茱萸碱 25 μ g、甘草酸铵 25 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，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10ml，称定重量，超声处理 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 11 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应（除峰 10 外），其中 5 个峰应分别与对参照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S₁ 峰，计算特征峰 1、峰 2、峰 3、峰 4、峰 6 与 S₁ 峰的相对保留时间；与金丝桃苷参照物峰相对应的峰为 S₂ 峰，计算峰 7、峰 9 与 S₂ 峰的相对保留时间；与甘草酸铵参照物峰相对应的峰为峰 10；与吴茱萸碱参照物峰相对应的峰为峰 11，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内。规定值为：0.24（峰 1）、0.38（峰 2）、0.77（峰 3）、0.93（峰 4）、1.17（峰 6）、0.82（峰 7）、1.14（峰 9）。



对照特征图谱

峰 5 (S₁): 绿原酸; 峰 7: 去氢吴茱萸碱; 峰 8 (S₂): 金丝桃苷; 峰 10: 甘草酸铵; 峰 11: 吴茱萸碱

色谱柱: BEH Shield RP18, 2.1mm \times 100mm, 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】 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 19.0%。

【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；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 取柠檬苦素对照品、吴茱萸碱对照品、吴茱萸次碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含柠檬苦素 160μg、吴茱萸碱 25μg、吴茱萸次碱 15μg 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，精密加入甲醇 10ml，称定重量，超声处理 30 分钟（功率 250W，频率 40kHz），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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含柠檬苦素（ $C_{26}H_{30}O_8$ ）应为 3.6mg~5.8mg，含吴茱萸碱（ $C_{19}H_{17}N_3O$ ）、吴茱萸次碱（ $C_{18}H_{13}N_3O$ ）总量应为 1.2mg~2.9mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。