

制山茱萸配方颗粒

Zhishanzhuyu Peifangkeli

【来源】本品为山茱萸科植物山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb.et Zucc.的干燥成熟果肉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】取制山茱萸饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 33.4%~49.1%），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】本品为深棕色至棕褐色的颗粒；气微，味酸。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取山茱萸对照药材 0.5g，加水 20ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 10ml”起，同法制成对照药材溶液。再取莫诺昔对照品、马钱苷对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 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，吸取供试品溶液和对照品溶液各 2 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（3：1）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。

【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；以乙腈为流动相 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；检测波长为 260nm。理论板数按马钱苷峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	2→6	98→94
3~9	6	94
9~20	6→20	94→80
20~25	20→40	80→60
25~30	40	60

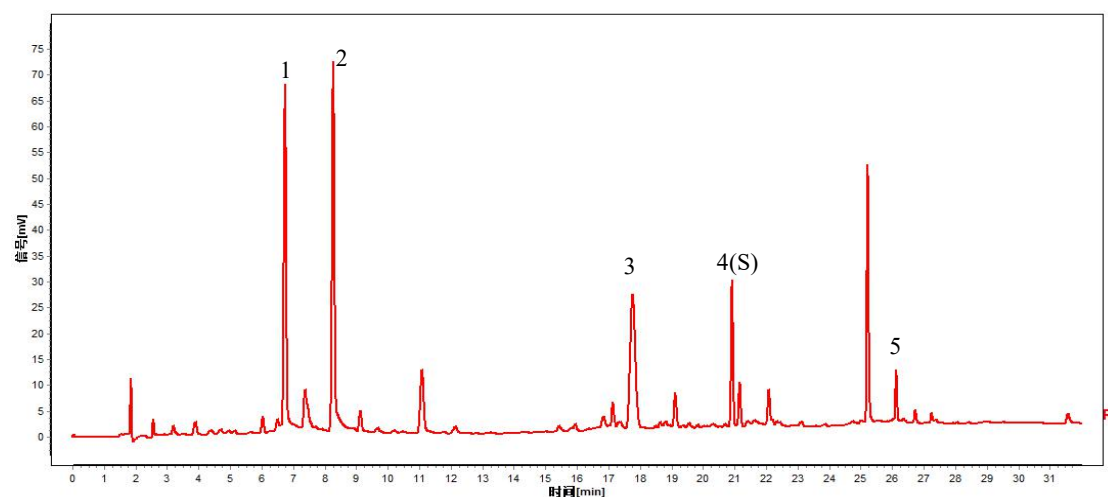
参照物溶液的制备 取山茱萸对照药材 0.2g，加水 10ml，加热回流 60 分钟，放冷，离心，取上清液，置 20ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、5-羟甲基糠醛对照品、莫诺昔对照品和马钱苷对照品适量，

精密称定，加 80% 甲醇制成每 1ml 含没食子酸 20 μ g、5-羟甲基糠醛 20 μ g、莫诺苷 80 μ g、马钱苷 100 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 0.1g，置具塞锥形瓶中，精密加入 80% 甲醇 20ml，密塞，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 80% 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 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 4 应分别与没食子酸、5-羟甲基糠醛、莫诺苷、马钱苷对照品参照物峰保留时间相对应。与马钱苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 5 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.26（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：没食子酸 峰 2：5-羟甲基糠醛 峰 3：莫诺苷 峰 4（S）：马钱苷

【检查】 重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

其他 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，取约 3g，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（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，以乙腈为流动相 A，以 0.3% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱；检测波长 240nm。理论板数按马钱苷峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	7	93
20~50	7→20	93→80

对照品溶液的制备 取莫诺苷对照品、马钱苷对照品适量，精密称定，加80%甲醇制成每1ml含各含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80%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率240W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸对照品溶液及供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含莫诺苷（ $C_{17}H_{26}O_{11}$ ）和马钱苷（ $C_{17}H_{26}O_{10}$ ）的总量应为 9.5mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g。

【贮藏】 密封。