北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021042

川楝子配方颗粒

Chuanlianzi 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】 取川楝子饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18%～28%），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】 本品为浅黄棕色至深棕色的颗粒；气微，味酸、苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，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，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 30ml，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 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（7:3:0.25）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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃；；蒸发光散射检测器检测。理论板数按川楝素峰计算应不低于 10000。

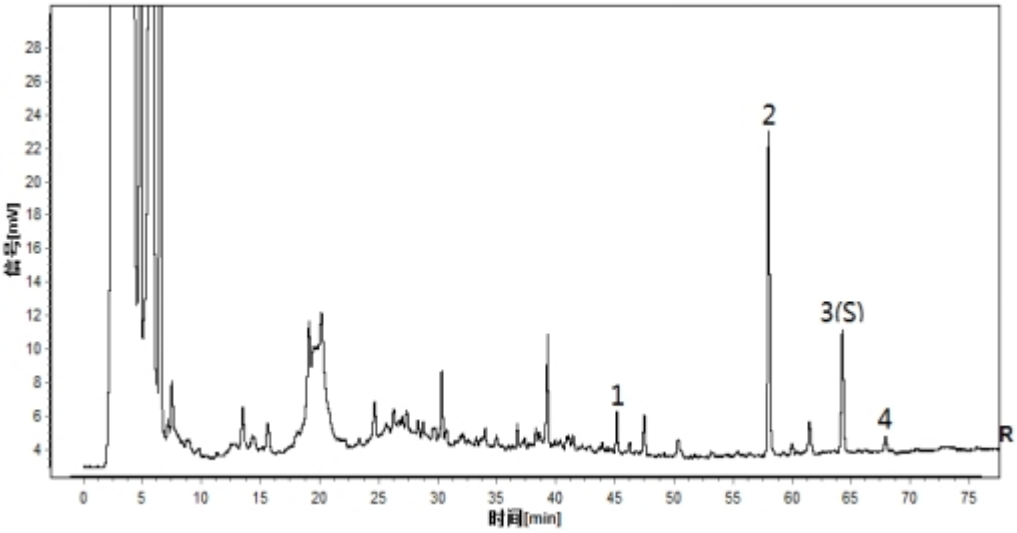
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5	95
5~20	5→10	95→90
20~40	10→24	90→76
40~55	24→32	76→68
55~75	32→42	68→58
75~80	42→5	58→95

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 70%甲醇 50ml，加热回流 60 分钟，放冷，离心（转速为 4000 转/分钟）10 分钟，取上清液 25ml，蒸干，残渣加 70%甲醇使溶解，转移至 2ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取川楝素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，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 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，离心（转速为 4000 转/分钟）10 分钟，取上清液 25ml，蒸干，残渣加 70%甲醇使溶解，转移至 2ml 量瓶中，并稀释至刻度，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 20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应与川楝素对照品参照物峰保留时间相对应；以峰 3 为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.69（峰 1）、0.90（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3（S）：川楝素（异构体 1）　峰 4：川楝素（异构体 2）

色谱柱：Triart C18，4.6mm×250mm，5.0μm

【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 25.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（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 1.6μm）；以乙腈-0.01%甲酸溶液（31:69）为流动相；流速为每分钟

0.3ml；柱温为 30℃；采用单级四极杆质谱检测器，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 8000。

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 4μg 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，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 1μl，注入超高效液相色谱-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（$C_{30}H_{38}O_{11}$）应为 0.30mg~1.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。