

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021151

枳壳配方颗粒

Zhiqiao Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L.及其栽培变种的干燥未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】 取枳壳饮片 3500g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 20%~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】 本品为浅棕色至深棕色的颗粒;气微香,味苦、微酸。

【鉴别】 取本品 0.1g,研细,加甲醇 10ml,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。另取枳壳对照提取物 100mg,加甲醇 2ml,超声处理 30 分钟,滤过,制成对照提取物溶液。再取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 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,吸取上述供试品溶液与对照提取物溶液各 2 μ l,对照品溶液 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:6:2)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 3%三氯化铝乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热 5 分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照提取物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。

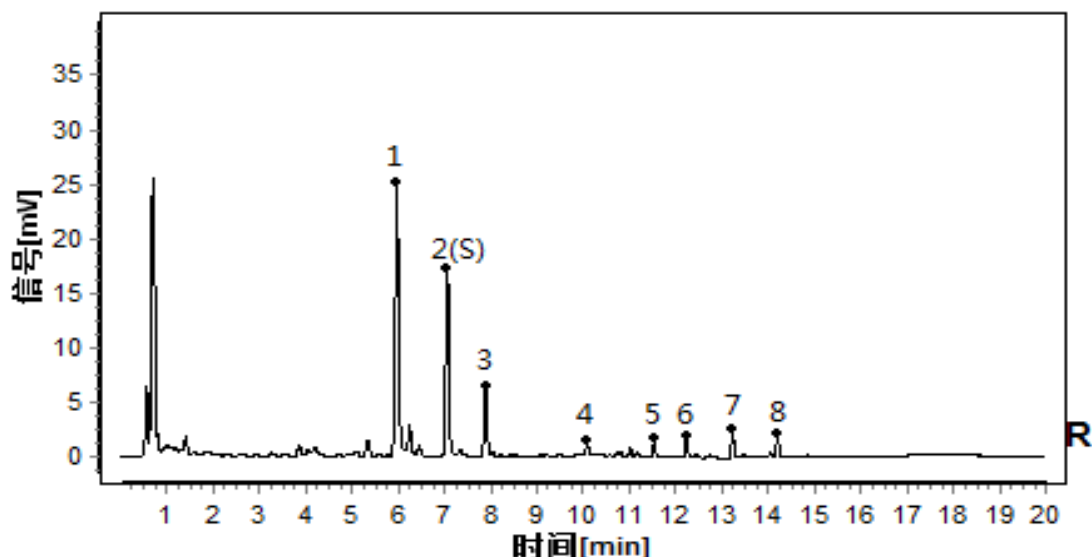
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 320nm,其余同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取枳壳对照药材 0.1g,置具塞锥形瓶中,加甲醇 50ml,加热回流 1.5 小时,放冷,摇匀,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品、川陈皮素对照品和橘皮素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 各含 80 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 同(含量测定)项。

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 8 个特征峰,并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应,其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与新橙皮苷参照物峰相对应的峰为 S 峰,计算峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 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: 1.13(峰 3)、1.46(峰 4)、1.65(峰 5)、1.77(峰 6);计算峰 7、峰 8 与 S 峰的相对峰面积,其相对峰面积应在规定范围内,规定范围为:不低于 0.050(峰 7)、不低于 0.050(峰 8)。



对照特征图谱

峰 1: 柚皮苷; 峰 2 (S): 新橙皮苷; 峰 7: 川陈皮素; 峰 8: 橘皮素

色谱柱: SB C18, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【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 28.0%。

【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 以十八烷基硅键合硅胶为填充剂(柱长为 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8μm); 以乙腈为流动相 A, 以 0.05%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 30℃; 检测波长为 283nm。理论板数按新橙皮苷峰计算应不低于 20000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~7	15→25	85→75
7~8	25→40	75→60
8~10	40→45	60→55
10~13	45→60	55→40
13~15	60→15	40→85
15~20	15	85

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 80μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100ml，称定重量，超声处理（功率 250W，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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含新橙皮苷（C₂₈H₃₄O₁₅）应为 49.0mg~101.0mg，含柚皮苷（C₂₇H₃₂O₁₄）应为

66.0mg~148.0mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。