

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021152

枳实（酸橙）配方颗粒

Zhishi (Suancheng) Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种干燥幼果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】 取枳实饮片 3333g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩至清膏(干浸膏出膏率为 24%~30%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为浅黄色至浅棕色的颗粒; 气微, 味苦、涩。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加甲醇 20ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取枳实(酸橙)对照药材 0.5g, 加水 50ml, 加热煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 20ml, 同法制成对照药材溶液。再取辛弗林对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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, 吸取对照药材溶液 1 μ l, 对照品溶液 2 μ l, 供试品溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5) 的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 0.5% 茚三酮乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置日光下检视。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 5 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 甲酸和 0.1% 十二烷基硫酸钠溶液为流动相 B (取十二烷基硫酸钠 1.0g, 甲酸 1ml, 加水溶解并稀释至 1000ml), 按下表中的规定的梯度进行洗脱; 检测波长为 224nm; 流速为每分钟 1.0ml; 柱温 30 $^{\circ}$ C, 理论板数按辛弗林峰计算应不低于 2000。

| 时间(分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|--------|---------------------|---------------------|
| 0~10 | 5 \rightarrow 20 | 95 \rightarrow 80 |
| 10~20 | 20 | 80 |
| 20~30 | 20 \rightarrow 33 | 80 \rightarrow 67 |
| 30~35 | 33 \rightarrow 40 | 67 \rightarrow 60 |

35~40

40→5

60→95

40~45

5

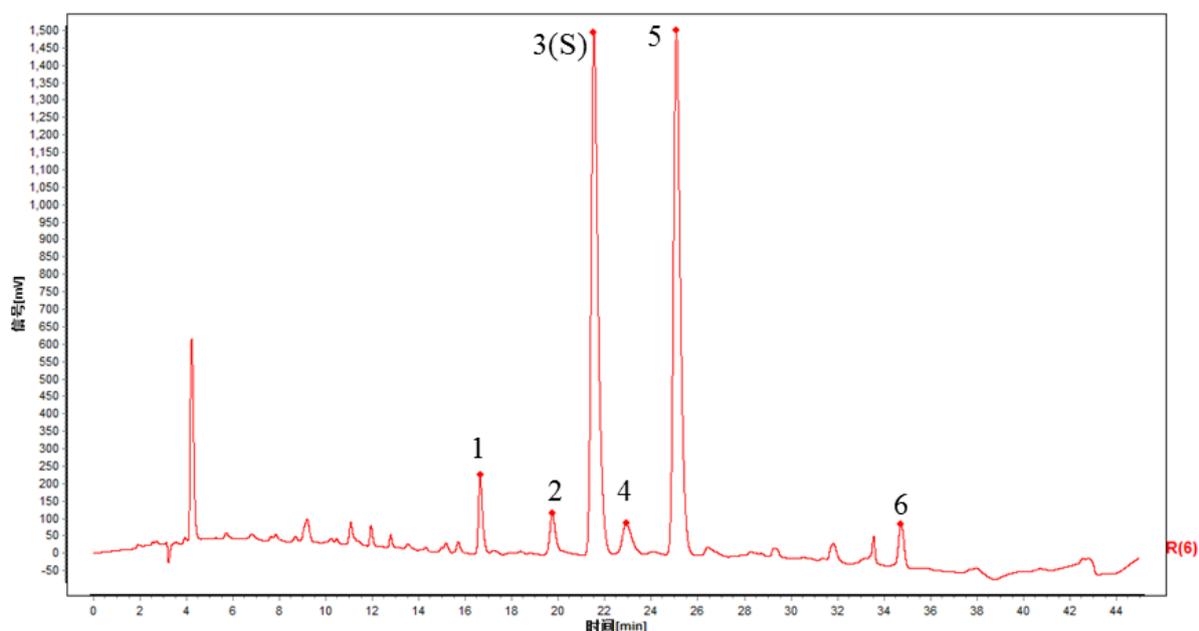
95

参照物溶液的制备 取枳实（酸橙）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 50 ml，加热回流 45 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、辛弗林对照品，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 30 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 10 μ l 与供试品溶液 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 应与柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、辛弗林对照品参照物峰的保留时间相对应，与柚皮苷参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 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，保留时间规定值为 0.77（峰 1）、0.92（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3（S）：柚皮苷；峰 4：橙皮苷；峰 5：新橙皮苷；峰 6：辛弗林

色谱柱：Ecosil AQ PLUS C18，4.6mm \times 250mm，5 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】 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 21.0%。

【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；以甲醇-磷酸二氢钾溶液（取磷酸二氢钾 0.6g，十二烷基磺酸钠 1.0g，冰醋酸 1ml，加水溶解并稀释至 1000ml）（50：50）为流动相；检测波长为 275nm。理论板数按辛弗林峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取辛弗林对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加水 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，用水补足减失的重量，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含辛弗林（ $C_9H_{13}NO_2$ ）为 5.5mg~17.5mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g

【贮藏】 密封。