

新疆维吾尔自治区药品监督管理局
中药配方颗粒标准

新 PF01902023

枳实（甜橙）配方颗粒（试行）

Zhishi (Tiancheng) Peifangkeli

【来源】本品为芸香科植物甜橙 *Citrus sinensis* Osbeck 的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（甜橙）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率范围为 13%~25%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，分装，即得。

【性状】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、微酸。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，加乙醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 0.5 ml 使溶解，作为供试品溶液。另取辛弗林对照品，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，吸取上述两种溶液各 2 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。供试品色谱中，在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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 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；柱温为 25 $^{\circ}$ C；流速为每分钟 0.25ml；检测波长为 320nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 5000。

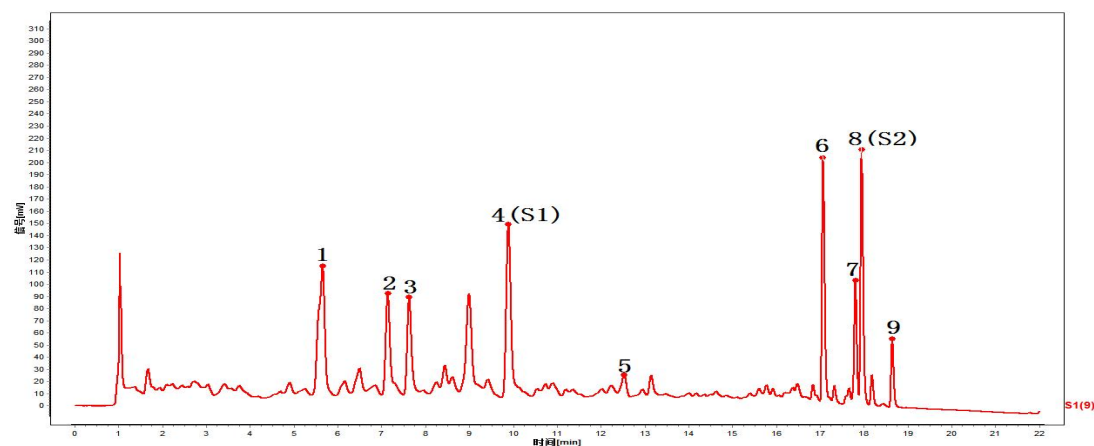
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~13	28→60	72→40
13~15	60→77	40→23
15~19	77→95	23→5
19~21	95	5
21~22	95→28	5→72

参照物溶液的制备 取橙皮苷对照品、川陈皮素对照品、橘皮素对照品，加70%甲醇制成每1ml含橙皮苷30 μ g、川陈皮素30 μ g、橘皮素20 μ g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0.5g，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2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现9个特征峰，其中3个峰分别与相应对照品参照物色谱峰的保留时间相对应。与橙皮苷参照物相对应的峰为S1峰，计算峰3、峰5与S1峰的相对保留时间；与川陈皮素参照物相对应的峰为S2峰，计算峰6、峰7与S2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：0.77（峰3）、1.27（峰5）、0.95（峰6）、0.99（峰7）。



对照特征图谱

峰4（S1）：橙皮苷 峰8（S2）：川陈皮素 峰9：橘皮素

色谱柱：HSS T3，2.1mm \times 100mm,1.8 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20.0%。

【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（柱长为100mm，内径2.1mm，粒径为1.8 μm）；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；柱温为30℃；流速为每分钟0.3ml。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含辛弗林50μg的溶液，摇匀，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70%甲醇50ml，密塞，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70%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含辛弗林(C₉H₁₃NO₂)应为8.0mg~25.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4g。

【贮藏】 密封。