

附件 7：橘核配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

橘核配方颗粒

JuhePeifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟种子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】 取橘核饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~19%），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】 本品为浅棕黄色至灰黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 1g，加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取橘核对照药材 4g，加水 100ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，同法制得对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，分别吸取供试品溶液 2~10 μ l 和对照药材溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（15：0.5）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。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 14.0%。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

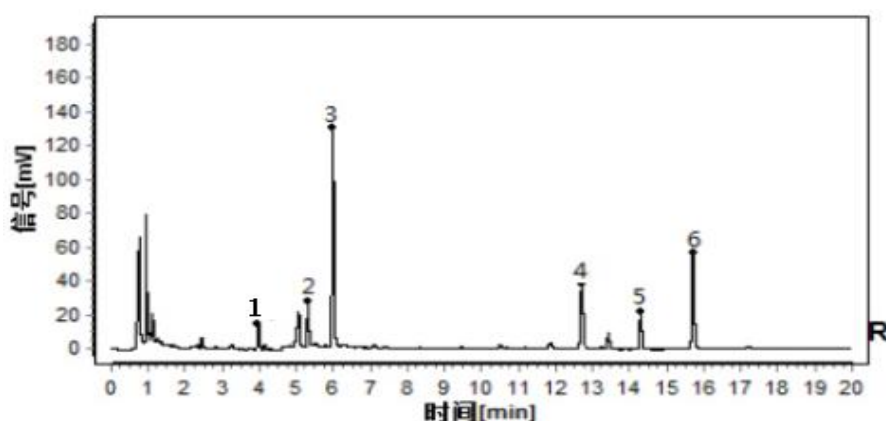
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取橘核对照药材 0.5g，加水 7ml，煮沸 30 分钟，滤过，取滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下对照品溶液，再取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含橙皮苷 100 μ g 的对照品溶液，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 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应；其中峰 1、峰 4、峰 5、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。



峰 1：橙皮苷；峰 4：柠檬苦素；峰 5：诺米林；峰 6：黄柏酮

橘核配方颗粒对照特征图谱

色谱柱： ACQUITY BEH C18， 2.1mm $\times$ 100mm， 1.7 μ m

【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，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m~2.2 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%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 0.3ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 210nm。理论板数按柠檬苦素峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	18 $\rightarrow$ 35	82 $\rightarrow$ 65
10~20	35 $\rightarrow$ 65	65 $\rightarrow$ 35

对照品溶液的制备 取柠檬苦素对照品、诺米林对照品、黄柏酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含柠檬苦素 40 μ g、诺米林 20 μ g、黄柏酮 10 μ g 的混合对照品溶液，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 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含柠檬苦素（C₂₆H₃₀O₈）、诺米林（C₂₈H₃₄O₉）、黄柏酮（C₂₆H₃₀O₇）总量应为 9.5mg~39.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。