

盐橘核配方颗粒

YanJuhe Peifangkeli

【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】 取盐橘核饮片4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为13%~21%），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颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品1g，研细，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，自“用乙酸乙酯振摇……”起，同法制得对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取供试品溶液2~10 μ l、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。

【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1.6~2.2 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℃；检测波长为210nm。理论板数按柠檬苦素峰计算应不低于6000。

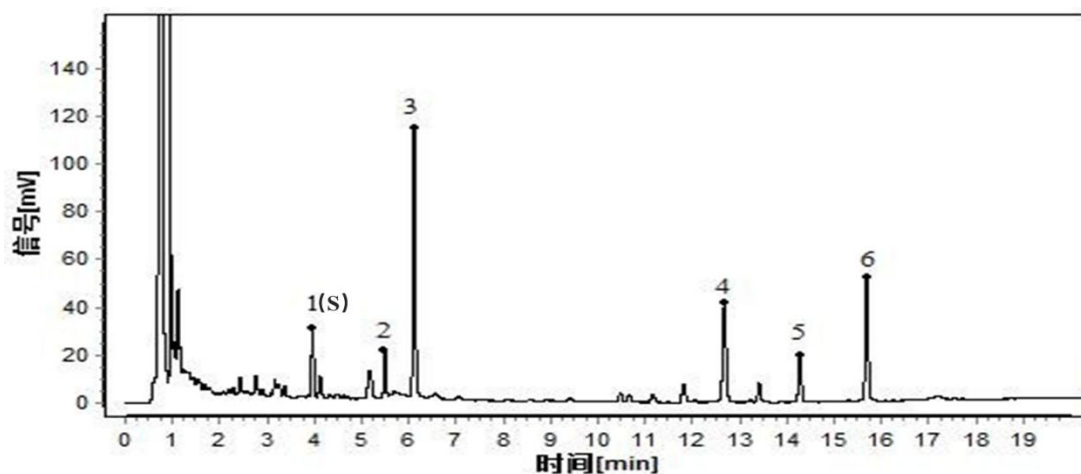
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0	18	82
10	35	65
20	65	35

参照物溶液的制备 取橘核对照药材0.5g，加水7ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇25ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下的对照品溶液，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50 μ g、诺米林10 μ g、黄柏酮6 μ g的混合对照品参照物溶液。再取橙皮苷对照品适量，加甲醇制成每1ml含0.1mg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0.1g，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，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失重量，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个特征峰的保留时间相对应；其中峰1、峰4～峰6应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与橙皮苷对照品参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰2、峰3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：1.39（峰2）、1.54（峰3）。



对照特征图谱

峰1 (S): 橙皮苷; 峰4: 柠檬苦素; 峰5: 诺米林; 峰6: 黄柏酮

参考色谱柱: BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

【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】取本品适量,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16.0%。

【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 同[特征图谱]项。

对照品溶液的制备 同[特征图谱]项下的混合对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同[特征图谱]项。

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含柠檬苦素($C_{26}H_{30}O_8$)、诺米林($C_{28}H_{34}O_9$)和黄柏酮($C_{26}H_{30}O_7$)的总量应为7.0mg~33.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.5g

【贮藏】 密封。