

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HBYBZ-PFKLS-2023015

橘叶配方颗粒

Juye Peifangkeli

【来源】本品为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥叶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】取橘叶饮片 3750g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.2%~26.6%），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】本品为淡棕黄色至浅棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加水 40ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 25ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取橘叶对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 40ml，自“用乙醚振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 15 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；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；检测波长为 285nm。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（%）
0~21	5→19	95→81
21~24	19	81
24~29	19→26	81→74
29~55	26→42	74→58

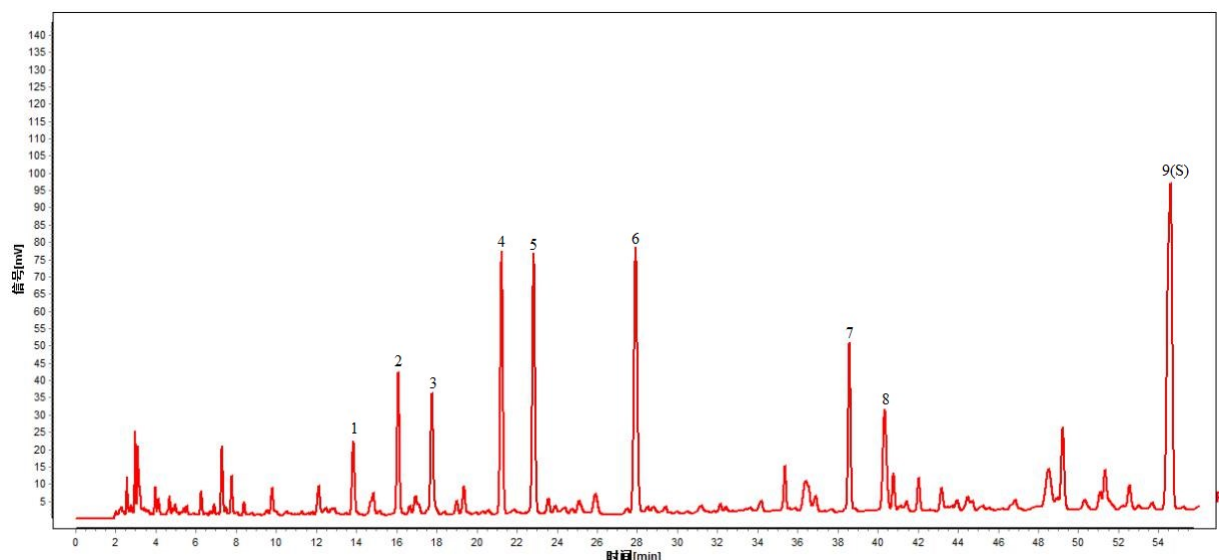
参照物溶液的制备 取橘叶对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 25ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 140 μ g 的溶液，作为对照品参

照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 9 应与橙皮苷对照品参照物峰保留时间相对应。与橙皮苷参照物峰相对应的峰为 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。规定值为：0.25（峰 1）、0.29（峰 2）、0.33（峰 3）、0.39（峰 4）、0.42（峰 5）、0.51（峰 6）、0.71（峰 7）、0.74（峰 8）。



对照特征图谱

峰 9（S）：橙皮苷

【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 3g，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 24.0%。

【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；以乙腈-水（22：78）为流动相；检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 75 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含橙皮苷（ $C_{28}H_{34}O_{15}$ ）应为 7.5mg~35.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.75g

【贮藏】 密封。