

【一】品种说明

【来源】本品为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种的干燥未成熟果实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】取麸炒枳壳饮片 3000 g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成膏膏 (干浸膏出膏率为 22%~32%), 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 1000 g, 即得。

【性状】本品为黄棕色至棕褐色的颗粒; 气微香, 味苦、微酸。

【二】特征图谱

1、样品制备

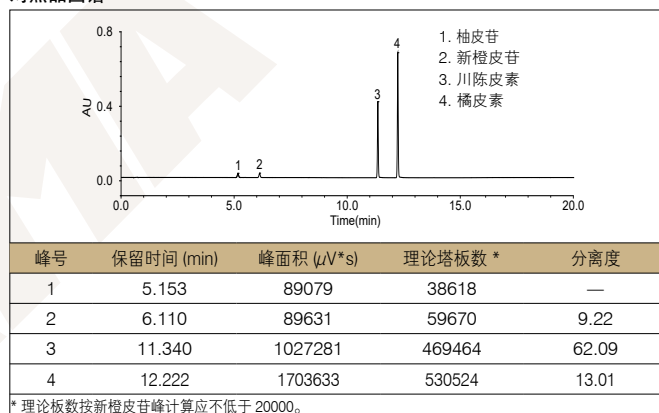
制备方法 参照物溶液 取枳壳对照药材 0.1 g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 加热回流 1.5 小时, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品、川陈皮素对照品和橘皮素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 各含 80 μ g 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 100 mL, 称定重量, 超声处理 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。

2、分析条件

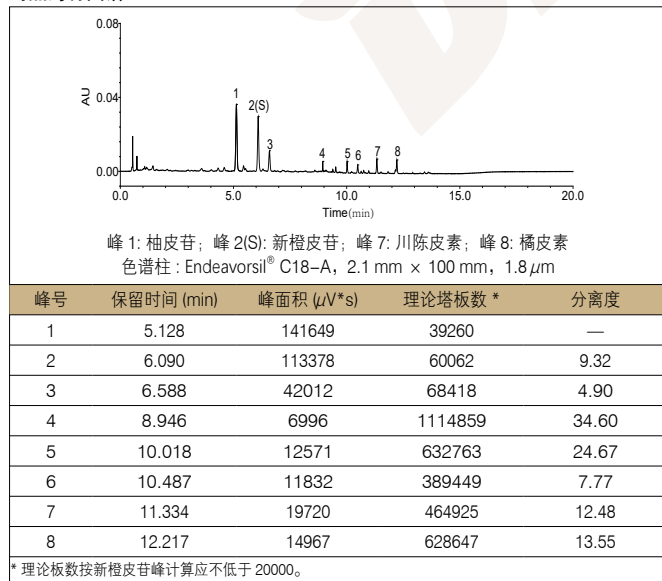
色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87113)	
流动相	A: 乙腈 B: 0.05% 磷酸溶液	
	时间 / 分钟	A/% B/%
	0~7	15 → 25 85 → 75
	7~8	25 → 40 75 → 60
	8~10	40 → 45 60 → 55
10~13	45 → 60 55 → 40	
13~15	60 → 15 40 → 85	
15~20	15 85	
流速	0.4 mL/min	
进样量	2 μ L	
柱温	30 $^{\circ}$ C	
检测波长	320 nm	
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC	

对照品图谱

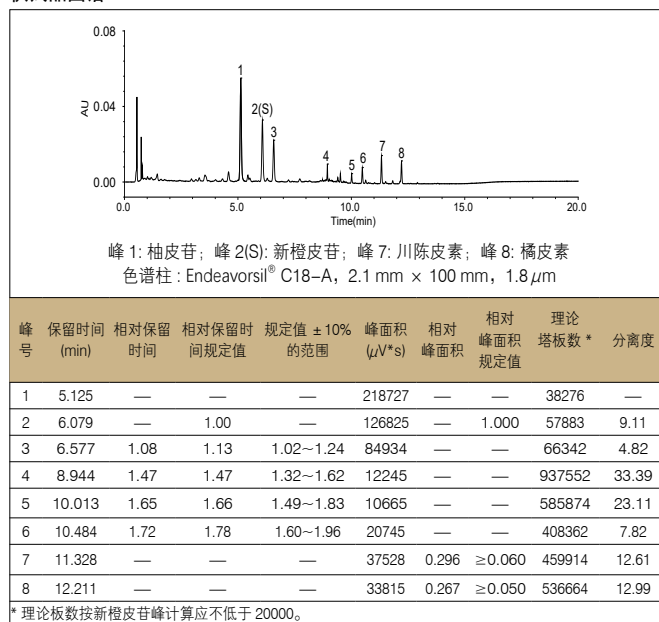


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87113) 检测麸炒枳壳配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 8 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应, 其中 4 个峰分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应; 计算峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 与 S 峰 (新橙皮苷) 的相对保留时间分别为 1.08 (峰 3)、1.47 (峰 4)、1.65 (峰 5)、1.72 (峰 6), 在规定值的 \pm 10% 范围之内; 计算峰 7、峰 8 与 S 峰的相对峰面积分别为 0.296 (峰 7)、0.267 (峰 8), 均在规定值范围内, 符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

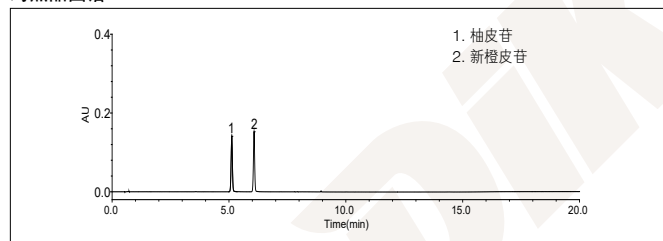
制备方法	对照品溶液	取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 各含 80 μ g 的混合溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100 mL，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 100 mm, 1.8 μ m (Cat#87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.05% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~7	15 → 25	85 → 75
	7~8	25 → 40	75 → 60
	8~10	40 → 45	60 → 55
	10~13	45 → 60	55 → 40
	13~15	60 → 15	40 → 85
	15~20	15	85
流速	0.4 mL/min		
进样量	2 μ L		
柱温	30 $^{\circ}$ C		
检测波长	283 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

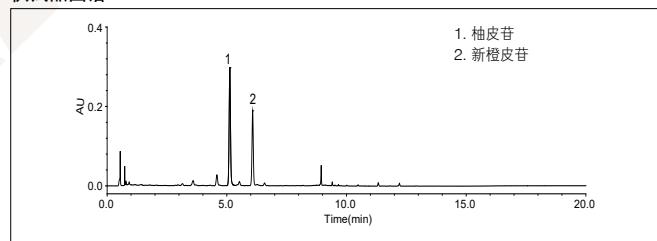
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	5.120	559339	38717	—
2	6.074	581571	59679	9.24

* 理论板数按新橙皮苷峰计算应不低于 20000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	5.126	1196289	38589	—
2	6.079	712623	59278	9.20

* 理论板数按枳壳峰计算应不低于 4000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含新橙皮苷 ($C_{28}H_{34}O_{15}$) 为 98.0 mg，在方法规定的范围内 (46.0 mg~99.0 mg)；本品每 1 g 含柚皮苷 ($C_{27}H_{32}O_{14}$) 为 171.1 mg，不在方法规定的范围内 (72.0 mg~128.0 mg)。