

代代花配方颗粒

Daidaihua Peifangkeli

【来源】本品为芸香科植物代代花 *Citrus aurantium* L. var. *amara* Engl. 的干燥花蕾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】取代代花饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 16.7%~33.3%），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】本品为灰黄色至灰棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取代代花对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 10ml”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 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13:6:2）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，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 以苯基己基硅烷键合硅胶为填充剂；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；检测波长为 360nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	8→13	92→87
18~41	13→16	87→84
41~65	16→20.5	84→79.5

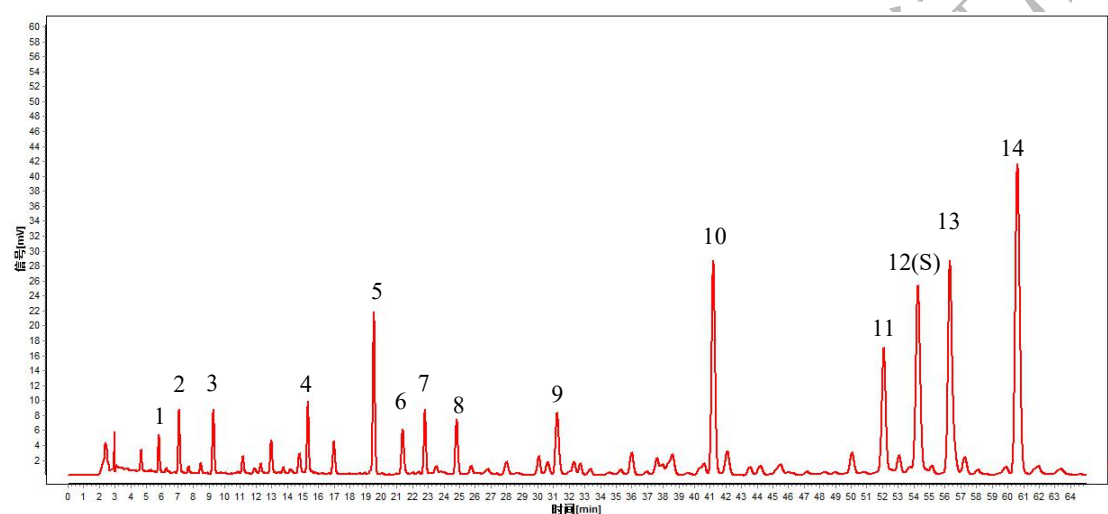
参照物溶液的制备 取代代花对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液浓缩至近干，残渣加 70% 甲醇 25ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 0.6mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 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14个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的14个特征峰保留时间相对应，其中峰12应与柚皮苷对照品参照物峰保留时间相对应。与柚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：0.11（峰1）、0.13（峰2）、0.17（峰3）、0.29（峰4）、0.36（峰5）、0.39（峰6）、0.42（峰7）、0.46（峰8）、0.58（峰9）、0.76（峰10）、0.97（峰11）、1.04（峰13）、1.12（峰14）。



对照特征图谱

峰 12 (S)：柚皮苷 峰 13：橙皮苷 峰 14：新橙皮苷

【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 25.0%。

【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；以甲醇-0.1%磷酸溶液（38：62）为流动相；检测波长为283nm。理论板数按新橙皮苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取新橙皮苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇溶液溶解制成每1ml含45 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50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率35kHz）10分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，精密量取1ml，置25ml量瓶中，加50%甲

醇至刻度，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 含新橙皮苷（ $C_{28}H_{34}O_{15}$ ）应为 67.0mg~300.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准