

云南省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

YNPFKL-2024023

焦白术配方颗粒

Jiaobaizhu Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎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】 取焦白术饮片 1400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 39.0%~58.0%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，分装，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒，微有香气，味微甘。

【鉴别】 取本品 2g，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，残渣加甲醇 1 ml 使溶解，作为供试品溶液。另取焦白术对照饮片 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，同法制成对照饮片溶液。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 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-异丙醇（8：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇，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，在与对照饮片色谱相应的位置上，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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，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 40℃；检测波长 0~12 分钟为 284nm，12~27 分钟为 325nm，27~35 分钟为 220nm。理论板数按白术内酯Ⅲ峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	0	100
10~11	0→6	100→94
11~19	6→10	94→90
19~21	10→18	90→82
21~23	18→25	82→75
23~25	25→50	75→50
25~35	50→65	50→35

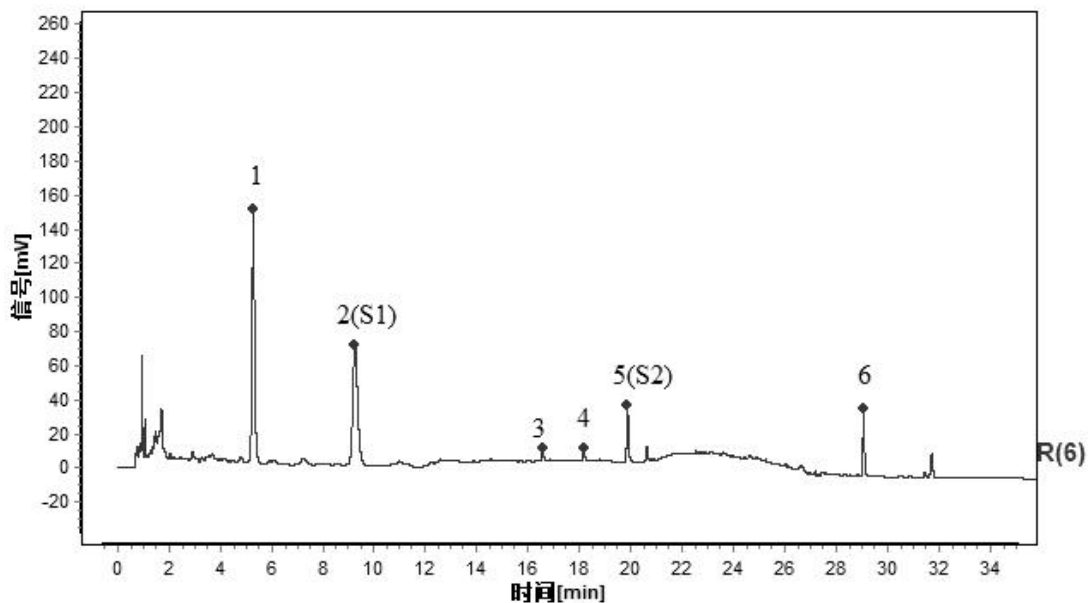
参照物溶液的制备 取焦白术对照饮片 2.0g，置锥形瓶中，加入水 50ml，加热回流 30 分钟取出，离心，取上清液减压浓缩至干，残渣精密加入 30%甲醇 10ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取 5-羟甲基糠醛对照品、绿原酸对照品、白术内酯Ⅲ对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 5-羟甲基糠醛、绿原酸、白术内酯Ⅲ各 10μg 的混合溶液，摇匀，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.5g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入 30%甲醇 10ml，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 30%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 1μl，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，并应与对照饮片参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应。其中峰 2、峰 5、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。

与 5-羟甲基糠醛参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1 与 S1 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：0.57（峰 1）。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 3、峰 4 与 S2 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：0.83（峰 3）、0.91（峰 4）。



对照特征图谱

峰 2（S1）：5-羟甲基糠醛；峰 3：新绿原酸；峰 5（S2）：绿原酸；峰 6：白术内酯Ⅲ

色谱柱：ACQUITY HSS T3，2.1mm×100mm，1.8μm

【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，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 5.0%。

【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-水（60：40）为流动相；检测波长为 220nm。理论板数按白术内酯Ⅲ峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取白术内酯Ⅲ、白术内酯Ⅱ对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含白术内酯Ⅲ、白术内酯Ⅱ各 10μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 2.0g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，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 10μl，注入液相色谱仪中，测定，即得。

本品每 1g 含白术内酯Ⅲ（ $C_{15}H_{20}O_3$ ）和白术内酯Ⅱ（ $C_{15}H_{20}O_2$ ）总量应为 0.08～0.36mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.4g

【贮藏】 密封。