北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022053

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1600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为26%~40%），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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微香，味甘。

【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lml使溶解，作为供试品溶液。另取白术对照药材2g，加水50ml，煮沸30分钟，滤过，滤液浓缩至约20ml，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10μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（1:1）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，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（柱长为100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）；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0.25ml；柱温为25℃；检测波长为235nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～1	2	98
1～5	2→8	98→92
5～15	8→25	92→75
15～19	25→43	75→57
19～25	43→70	57→30
25～29	70→100	30→0

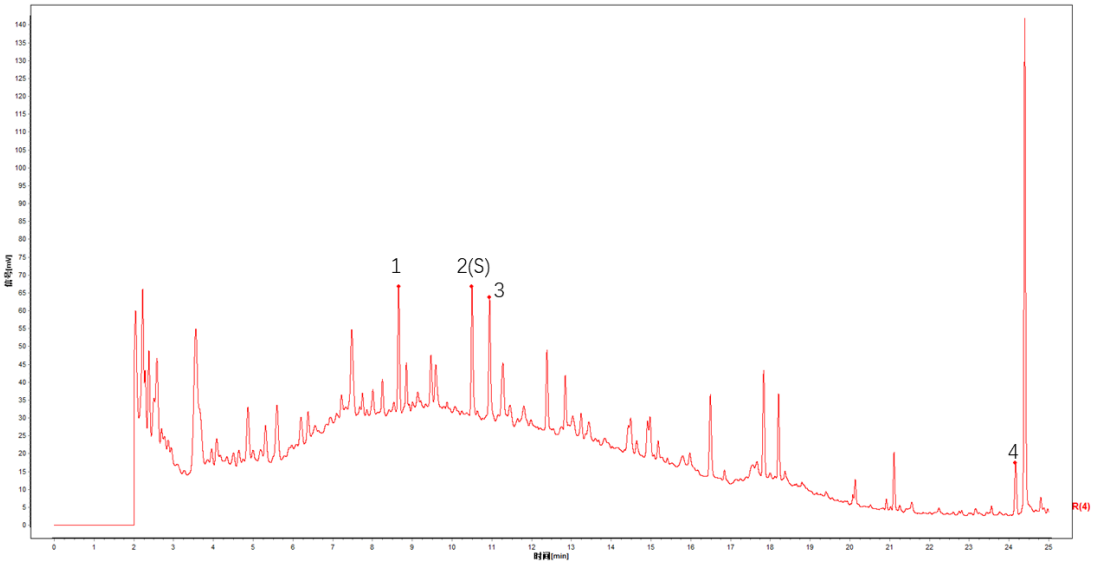
参照物溶液的制备 取焦白术对照药材0.5g，加水5ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）

30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、白术内酯III对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每1ml各含50μg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2g，置10ml量瓶中，加水适量，超声处理（功率250W，频率40kHz）20分钟，取出，放冷，加水稀释至刻度，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，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰4应分别与绿原酸、白术内酯III对照品参照物峰保留时间相对应，与绿原酸参照物峰相应的峰为S峰，计算峰1、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±10%范围之内。规定值为：0.82（峰1）、1.04（峰3）。



对照特征图谱

峰1：新绿原酸　峰2（S）：绿原酸　峰3：隐绿原酸　峰4：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】 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，用乙醇作溶剂，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 以十八烷基硅胶键合硅胶为填充剂（柱长为50mm，内径为2.1mm，粒径为1.7μm）；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0.25ml；柱温为25℃；检测波长为325nm。理论板数按绿原

酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～4	1→6	99→94
4～10	6→9	94→91
10～16	9→18	91→82
16～22	18→20	82→80
22～23	20→90	80→10

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，取出，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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2μl，注入超高效液相色谱仪，测定，以绿原酸对照品的峰面积为对照分别按下表相对应的校正因子计算新绿原酸、绿原酸和隐绿原酸的含量，用待测成分色谱峰与绿原酸色谱峰的相对保留时间确定新绿原酸、绿原酸和隐绿原酸的峰位，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内（若相对保留时间偏离超过10%，则应以相应的被替代对照品确证为准），即得。相对保留时间及校正因子（F）见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间	校正因子（F）
新绿原酸	0.67	1.02
绿原酸（S）	1.00	1.00
隐绿原酸	1.14	1.00

本品每1g含新绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）、隐绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）和绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）的总量应为0.18mg~0.34mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片1.6g

【贮藏】 密封。