

【一】品种说明

【来源】本品为菊科植物北苍术 *Atractylodes chinensis*(DC.)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】取苍术(北苍术)饮片 2700 g, 加水煎煮, 同时提取挥发油(取饮片量 0.04% 的挥发油, 倍他环糊精包合)备用, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 27% ~ 37%), 加入挥发油包合物, 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】本品为浅黄色至黄棕色的颗粒; 气香, 味微甘、辛、苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

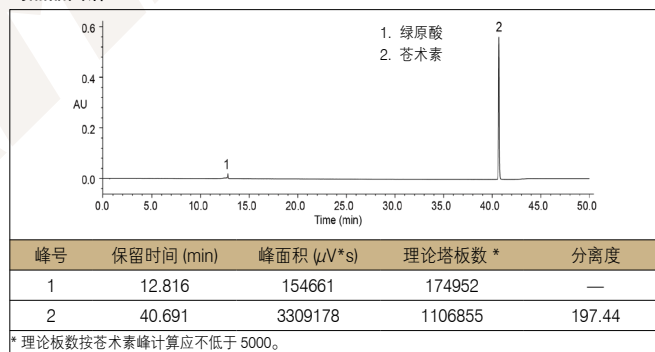
制备方法 **参照物溶液** 取苍术(北苍术)对照药材 0.5 g, 加水 50 mL, 避光加热回流 30 分钟, 滤过, 续滤液作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、苍术素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 分别含 20 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。
供试品溶液 取本品适量, 研细, 取 0.5 g, 置具塞锥形瓶中, 加 10% 甲醇 20 mL, 密塞, 超声处理 60 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	0	100
	2~7	0 → 4	100 → 96
	7~20	4 → 20	96 → 80
	20~23	20 → 22	80 → 78
	23~24	22 → 24	78 → 76
24~39	24 → 65	76 → 35	
39~41	65	35	
41~42	65 → 0	35 → 100	
流速	0.4 mL/min		
进样量	5 μ L		
柱温	30 $^{\circ}$ C		
检测波长	336 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

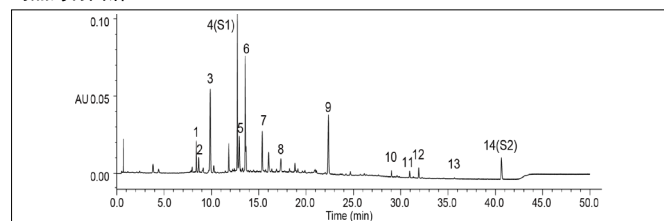
3、实验图谱

对照品图谱



3、实验图谱

对照药材图谱

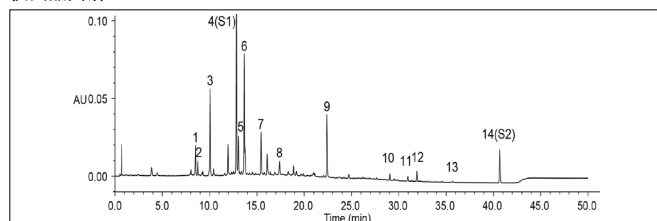


峰 4(S1): 绿原酸; 峰 14(S2): 苍术素
 色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	8.412	68128	136292	—
2	8.652	35217	126380	2.52
3	9.878	260204	94649	10.62
4(S1)	12.737	408783	304641	25.33
5	12.944	95289	184913	1.94
6	13.578	312730	345764	5.92
7	15.375	104229	349763	17.80
8	17.332	42882	253518	15.48
9	22.357	200523	418744	35.11
10	29.026	14421	1666001	57.50
11	30.950	17553	1367037	19.64
12	31.900	27105	1655081	9.08
13	35.682	3133	3892178	34.42
14(S2)	40.655	81210	1148851	36.67

* 理论板数按苍术素峰计算应不低于 5000。

供试品图谱



峰 4(S1): 绿原酸; 峰 14(S2): 苍术素
 色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	8.508	0.663	0.674	0.607~0.741	70991	120186	—
2	8.748	0.682	0.705	0.635~0.776	38744	99873	2.26
3	10.046	0.783	0.806	0.725~0.887	293430	89661	10.50
4(S1)	12.829	—	1.00	—	411845	320229	24.14
5	13.048	1.02	1.02	0.918~1.12	95587	217364	2.09
6	13.659	1.06	1.05	0.945~1.16	335944	344987	5.75
7	15.436	1.20	1.18	1.06~1.30	108811	358723	17.63
8	17.402	1.36	1.36	1.22~1.50	44985	269711	15.79
9	22.401	1.75	1.76	1.58~1.94	214610	409626	35.00
10	29.047	0.714	0.727	0.654~0.800	14814	1427834	56.62
11	30.967	0.761	0.768	0.691~0.845	12609	1039361	19.98
12	31.916	0.785	0.787	0.708~0.866	25122	1739185	9.60
13	35.703	0.878	0.883	0.795~0.971	2832	1467808	34.54
14(S2)	40.672	—	1.00	—	124873	1126662	35.85

* 理论板数按苍术素峰计算应不低于 5000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003) 检测苍术 (北苍术) 配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 14 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱峰中的 14 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 4、峰 14 分别与绿原酸对照品、苍术素对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5、峰 6、峰 7、峰 8、峰 9 与 S1 峰的相对保留时间分别为 0.663(峰 1)、0.682(峰 2)、0.783(峰 3)、1.02(峰 5)、1.06(峰 6)、1.20(峰 7)、1.36(峰 8)、1.75(峰 9); 与苍术素对照品参照物峰相应的峰为 S2 峰, 计算其他各特征峰与 S2 峰的相对保留时间分别为 0.714(峰 10)、0.761(峰 11)、0.785(峰 12)、0.878(峰 13), 在规定值的 ± 10% 之内, 符合规定范围。

【三】含量测定

1、样品制备

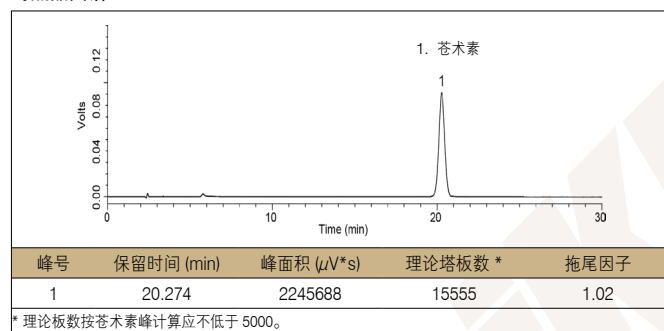
制备方法 **对照品溶液** 另取绿原酸对照品、苍术素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL 分别含 20 μg 的溶液,作为对照品参照物溶液。
供试品溶液 取本品适量,研细,取约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 20 mL,密塞,称定重量,超声处理 20 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2、分析条件

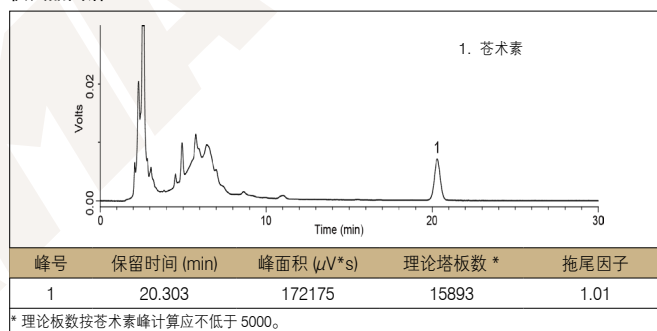
色谱柱	Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99603)
流动相	甲醇:水 = 79:21
流速	1 mL/min
进样量	10 μL
柱温	30 °C
检测波长	340 nm
仪器	岛津 LC-2040C

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每 1 g 含苍术素 (C₁₃H₁₀O) 量为 0.061 mg, 在方法规定的范围内 (0.038 mg~0.098 mg)。