北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022081

制草乌配方颗粒

Zhicaowu Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物北乌头*Aconitum kusnezoffii* Reichb.的干燥块根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】 取制草乌饮片3300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为16%~25%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微辛辣，稍有麻舌感。

【鉴别】 取本品2g，研细，加氨试液2ml润湿，加乙醚20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取草乌对照药材1g，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20μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4:3.6:1）为展开剂，置氨蒸气饱和20分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。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0.3ml；柱温为30℃；检测波长为240nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于50000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	2	98
5~17	2→8	98→92
17~19	8→12	92→88
19~31	12→19	88→81
31~40	19→26	81→74
40~44	26	74

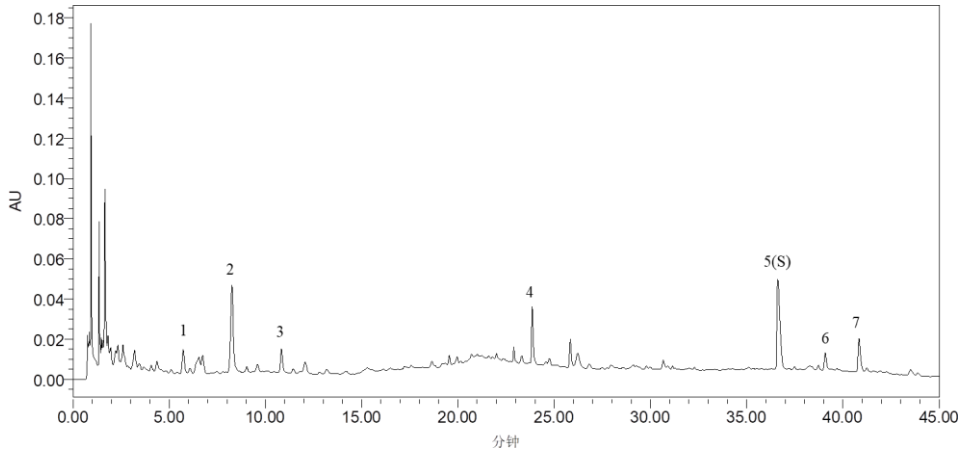
参照物溶液的制备 取草乌对照药材3g，加水30ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加30%甲醇10ml使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取苯甲酰新乌头原碱对照品适量，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取1g，置具塞锥形瓶中，加30%甲醇25ml，密

塞，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，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3μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应，与苯甲酰新乌头原碱参照物峰相应的峰为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±10%范围之内。规定值为：0.16（峰1）、0.23（峰2）、0.30（峰3）、0.65（峰4）、1.07（峰6）、1.12（峰7）。



对照特征图谱

峰5（S）：苯甲酰新乌头原碱

色谱柱：ACQUITY HSS T3，2.1mm×100mm，1.8μm

【检查】 双酯型生物碱限量 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 理论板数按新乌头碱峰计算应不低于8000，其余同〔含量测定〕项。

对照品溶液的制备 取乌头碱对照品、次乌头碱对照品及新乌头碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液分别制成每1ml含乌头碱30μg、次乌头碱10μg、新乌头碱50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

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，测定，即得。

本品每1g含双酯型生物碱以乌头碱（$C_{34}H_{47}NO_{11}$）、次乌头碱（$C_{33}H_{45}NO_{10}$）和新乌头碱（$C_{33}H_{45}NO_{11}$）的总量计，不得过0.3mg。

其他 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10.0%。

【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；以乙腈-四氢呋喃（25:15）为流动相A，以0.1mol/L醋酸铵溶液（每1000ml加冰醋酸0.5ml）为流动相B，按下

表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；检测波长为235nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于2000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~48	15→26	85→74
48~48.1	26→35	74→65
48.1~58	35	65

对照品溶液的制备 取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品、苯甲酰新乌头原碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液制成每1ml含苯甲酰乌头原碱20μg、苯甲酰次乌头原碱0.1mg、苯甲酰新乌头原碱80μg的混合溶液，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，加浓氨试液3ml，精密加入异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz；水温在25℃以下）30分钟，放冷，再称定重量，用异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，40℃以下减压回收溶剂至干，残渣加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液溶解，并转移至5ml量瓶中，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液稀释至刻度，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含苯甲酰乌头原碱（$C_{32}H_{45}NO_{10}$）、苯甲酰次乌头原碱（$C_{31}H_{43}NO_9$）、苯甲酰新乌头原碱（$C_{31}H_{43}NO_{10}$）的总量应为0.20mg~2.0mg。

【注意】 孕妇慎用；不宜与半夏、瓜蒌、瓜蒌子、瓜蒌皮、天花粉、川贝母、浙贝母、平贝母、伊贝母、湖北贝母、白蔹、白及同用。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.3g

【贮藏】 密封。