

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 |
| 44~45 | 26→2 | 74→98 |

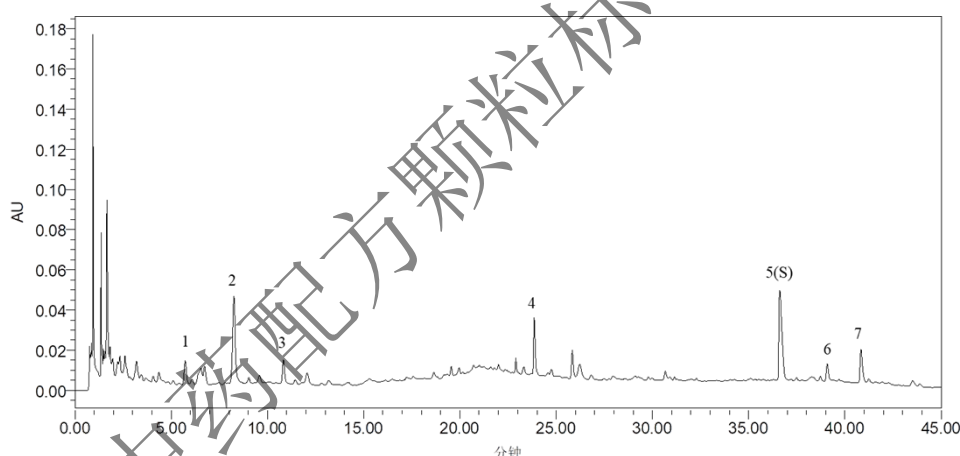
参照物溶液的制备 取草乌对照药材 3g，加水 30ml，煎煮 30 分钟，滤过，

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，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 100 μ g 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 3 μ l，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 $\pm 10\%$ 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 \times 100mm，1.8 μ m

【检查】 双脂型生物碱限量 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，其他同（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 30

μg、次乌头碱 10 μg、新乌头碱 50 μg 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 10 μl，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（C₃₄H₄₇NO₁₁）、次乌头碱（C₃₃H₄₅NO₁₀）和新乌头碱（C₃₃H₄₅NO₁₁）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 中加冰醋酸 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 |
| 58~65 | 35~15 | 65~85 |

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 10 μ l，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。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿