

福建省药品监督管理局

中药（配方颗粒）标准（试行）

标准号：FJYPBZ(PFKL)-2023035

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 19%~25%），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，即得。

【性状】本品为黄色至黄棕色颗粒；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，加入乙醚 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。另取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品及苯甲酰新乌头原碱对照品，加异丙醇-三氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 20 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：5.6：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，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 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸水为流动相 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计算应不低于 10000。

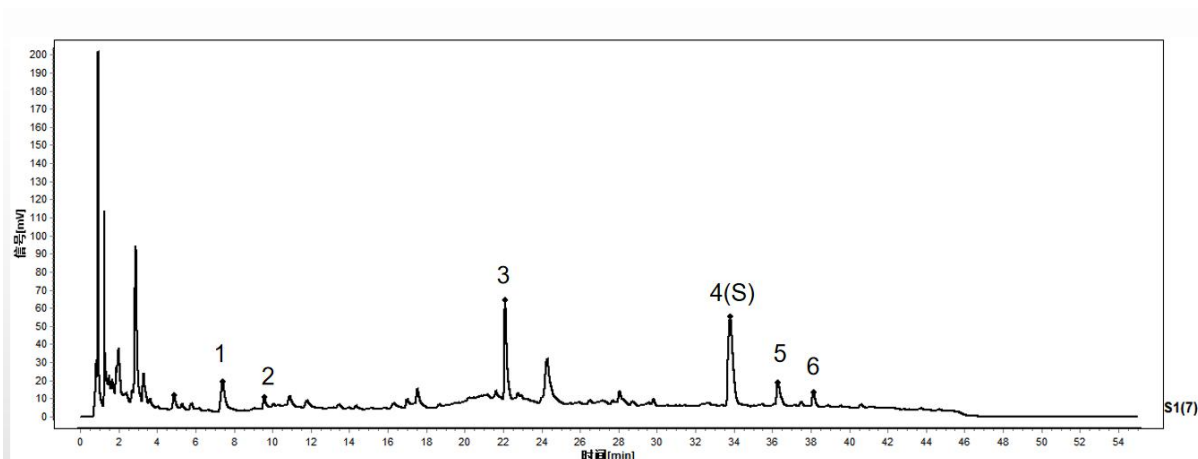
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	2	98
5~17	2→8	98→92
17~19	8→12	92→88
19~31	12→19	88→81
31~40	19→26	81→74
40~44	26	74
44~45	26→2	74→98

参照物溶液的制备 取草乌对照药材约 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，加入 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 含苯甲酰新乌头原碱 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，加入 30%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，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 3 μ l，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，并应与对照药材参照物色谱峰中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4 应与对照品参照物保留时间相对应；与苯甲酰新乌头原碱对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~峰 3、峰 5、峰 6 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： 0.23（峰 1）、0.30（峰 2）、0.65（峰 3）、1.07（峰 5）、1.12（峰 6）。



对照特征图谱

峰 4 (S)：苯甲酰新乌头原碱；峰 5：苯甲酰乌头原碱；峰 6：苯甲酰次乌头原碱

色谱柱：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）。

双酯型生物碱 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 3000，其余同〔含量测定〕项。

对照品溶液的制备 取乌头双酯型生物碱对照提取物（已标示新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的含量）5mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加异丙醇-三氯甲烷（1：1）混合溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，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，不得超过 0.030%。

【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 8.0%。

【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，0.1mol/L 醋酸铵（每 1000ml 加 0.5ml 冰醋酸）为流动相 B，按下表中的程序梯度洗脱；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 3000。

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、苯甲酰次乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱对照品适量，精密称定，加 0.01%盐酸甲醇溶液制成每 1ml 含苯甲酰新乌头原碱 50μg、苯甲酰乌头原碱 16μg、苯甲酰次乌头原碱 25μg 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，精密加入 0.01%盐酸水溶液 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz；水温 40℃以下）30 分钟，放冷，再称定重量，用 0.01%盐酸水溶液补足减失的重量，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，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 0.80mg~2.30mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g。

【贮藏】 密封。

【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。