

标准编号：JXYBZ-PFKL-2026010

附子（临江片）配方颗粒（公示稿）

Fuzi (Linjiangpian) Peifangkei

【来源】 本品为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的子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】 取附子（临江片）饮片12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为4.0%~7.4%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄白色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品4g，研细，加氨试液7ml润湿，加乙醚30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品，加异丙醇-二氯甲烷（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》2025年版通则0502）试验，吸取供试品溶液20 μ l、对照品溶液2 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：5.6：1）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-质谱法（《中国药典》2025年版通则0512和通则0431）测定。

色谱、质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1.7 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.4ml；柱温为35℃；采用质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下进行检测。信噪比（S/N）按照苯甲酰新乌头原碱不低于3，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（%）
0~11	5→25	95→75
11~15	25→50	75→50

15~16

50→95

50→5

16~17

95

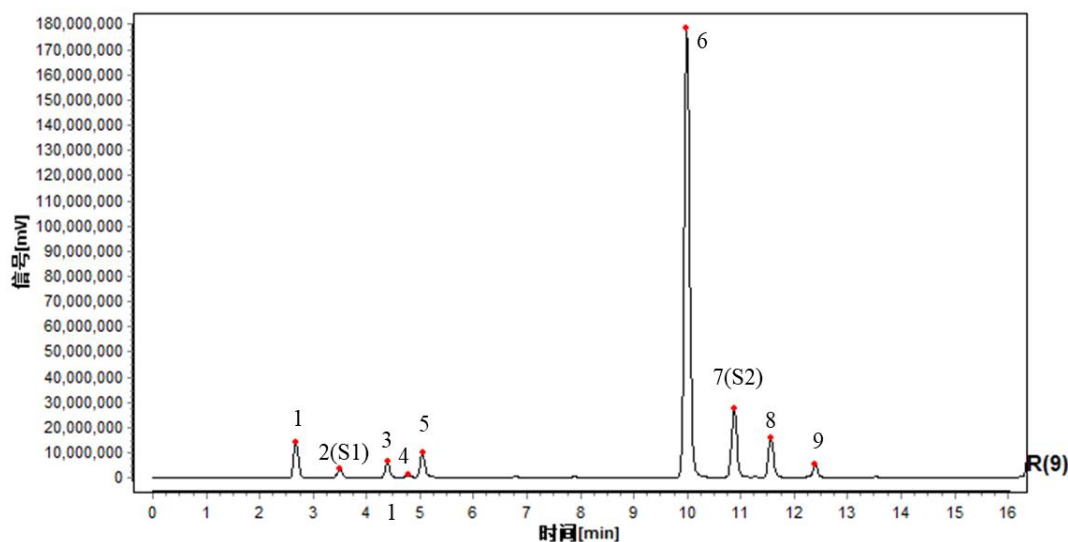
5

参照物溶液的制备 取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。另取宋果灵对照品适量，精密称定，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 含 8 μ g 的贮备液，再精密吸取贮备液适量，加 50%甲醇制成每 1ml 含 80ng 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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz，水温在 25℃ 以下）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 1 μ l，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

以质荷比（ m/z ）提取的供试品离子流色谱中，应呈现 9 个特征峰，其中峰 2、峰 6、峰 7、峰 8 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与宋果灵参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5 与 S1 峰的相对保留时间；与苯甲酰乌头原碱参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 9 与 S2 峰的相对保留时间。其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.77（峰 1）、1.26（峰 3）、1.37（峰 4）、1.44（峰 5）、1.14（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1：新乌头原碱（ m/z 486）；峰 2（S1）：宋果灵（ m/z 358）；峰 3：附子灵（ m/z

江西省中药配方颗粒标准

454); 峰 4: 尼奥林 (m/z 438); 峰 5: m/z 342; 峰 6: 苯甲酰新乌头原碱 (m/z 590); 峰 7(S2): 苯甲酰乌头原碱 (m/z 604); 峰 8: 苯甲酰次乌头原碱 (m/z 574);
峰 9: m/z 588

色谱柱: BEH C18; 100mm×2.1mm, 1.7μm

【检查】 双酯型生物碱 照高效液相色谱-质谱法 (《中国药典》2025 年版通则 0512 和通则 0431) 测定。

色谱、质谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项, 按下表选择监测离子对, 监测离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 3 : 1。

化合物	监测离子对	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)
新乌头碱	定量	632.4	572.4
	定性	632.4	540.2
次乌头碱	定量	616.3	556.3
	定性	616.3	338.2
乌头碱	定量	646.3	586.3
	定性	646.3	368.2

对照品溶液的制备 取新乌头碱、次乌头碱、乌头碱对照品适量, 精密称定, 加异丙醇-二氯甲烷 (1: 1) 混合溶液制成每 1ml 含新乌头碱 5μg、次乌头碱 5μg、乌头碱 5μg 的贮备液, 精密吸取贮备液适量, 加 50%甲醇制成每 1ml 含新乌头碱 10ng、次乌头碱 10ng、乌头碱 10ng 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取上述对照品溶液与〔含量测定〕项下供试品溶液各 2μl, 注入液相色谱-质谱联用仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含双酯型生物碱以新乌头碱(C₃₃H₄₅NO₁₁)、次乌头碱(C₃₃H₄₅NO₁₀)和乌头碱 (C₃₄H₄₇NO₁₁) 的总量计, 应不得过 7μg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (《中国药典》2025 年版通则 0104)

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法 (《中国药典》2025年版通则2201) 项下的热浸法测定, 用乙醇作溶剂, 不得少于1.2%。

【含量测定】 照高效液相色谱法-质谱法 (《中国药典》2025 年版通则 0512 和通则 0431) 测定。

色谱、质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 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 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 35℃；理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 3000。以三重四极杆串联质谱仪检测；电喷雾离子化（ESI），正离子扫描模式。进行多反应监测（MRM），各化合物监测离子对参考值见下表。

流动相梯度		
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5→30	95→70
1~2	30→33	70→67
2~3	33→45	67→55
3~10	45→48	55→52
10~10.1	48→90	52→10
10.1~11	90	10
11~11.5	90→5	10→95
11.5~14	5	95

各化合物监测离子对参考值			
化合物	监测离子对	母离子（m/z）	子离子（m/z）
苯甲酰新乌头原碱	定量	590.3	540.3
	定性	590.3	105.0
苯甲酰乌头原碱	定量	604.3	554.3
	定性	604.3	105.0
苯甲酰次乌头原碱	定量	574.3	542.3
	定性	574.3	105.0

对照品溶液的制备 取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品及苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 含苯甲酰新乌头原碱 20 μ g、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱各 10 μ g 的贮备液，精密吸取该贮备液适量，加 50%甲醇制成每 1ml 含苯甲酰新乌头原碱 200ng、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱各 100ng 的混合溶液，即

得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz，水温在 25℃ 以下）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 25ml 容量瓶中，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

本品每 1g 含苯甲酰新乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{10}$)、苯甲酰乌头原碱($C_{32}H_{45}NO_{10}$)和苯甲酰次乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_9$)的总量应为 0.6mg~1.3mg。

【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 12.5g

【贮藏】 密封。

起草单位：中国科学院大连化学物理研究所、赣江中药创新中心

复核单位：江西省药品检验检测研究院

参与单位：江西百神药业股份有限公司