河南省中药配方颗粒试行质量标准

豫 PFKL20260020

附片（白附片）配方颗粒

Fupian(Baifupian) Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物乌头*Aconitum carmichaelii* Debx.的子根的加工品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】 取附片（白附片）饮片5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9%～17%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为灰白色至黄白色的颗粒；气微，味微淡。

【鉴别】 取本品4g，研细，加水10ml，加热溶解，加浓氨试液5ml，再加乙醚25ml，静置1小时，时时振摇，低温超声5分钟，分取乙醚层，挥干，残渣加甲醇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，加甲醇制成每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，吸取上述两种溶液各10μl，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（中国药典2025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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.9μm）；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0.20ml；柱温为30℃;检测波长为235nm。理论板数按苯甲酰新乌头碱峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）

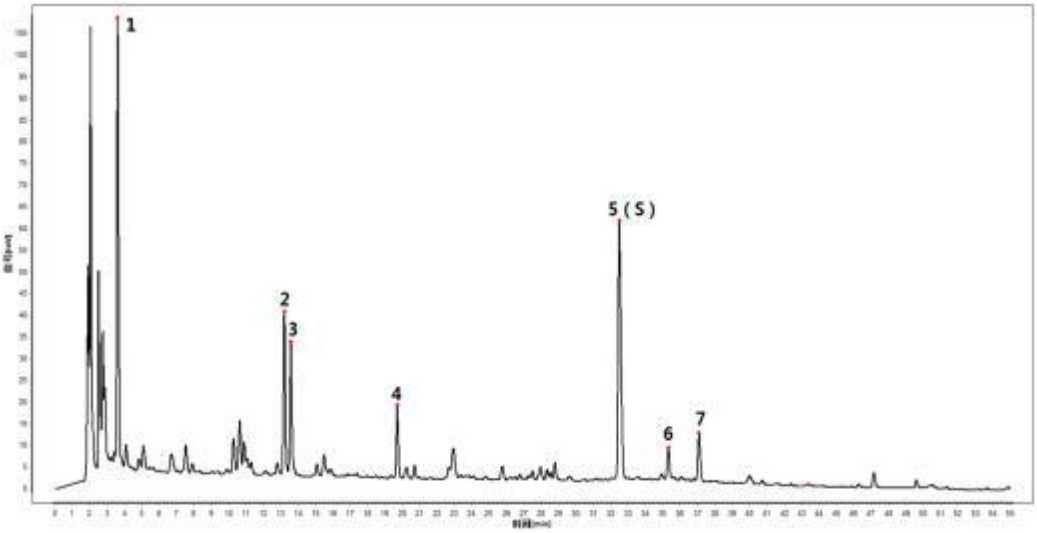
0～15	5→15	95→85
15～25	15→20	85→80
25～50	20→40	80→60
50~55	40	60

参照物溶液的制备 取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为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参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品1g，研细，置具塞锥形瓶中，加入50%甲醇25ml，超声处理（水温在25℃以下）30分钟，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2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，其中峰5、峰6、峰7应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应；与苯甲酰新乌头原碱对照品参照物峰相对应的峰为S峰，计算其余各特征峰与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：0.12（峰1）、0.40（峰2）、0.42（峰3）、0.58（峰4）。



对照特征图谱

峰5（S）：苯甲酰新乌头原碱；峰6：苯甲酰乌头原碱；峰7：苯甲酰次乌头原碱；

色谱柱：GOLD Aq，2.1mm×150mm，1.9μm

【检查】 双酯型生物碱 色谱条件与系统适用性试验、供试品溶液的制备同〔含量测定〕项。

对照品溶液的制备 取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）适量，精密称定，加甲醇制成每1ml按乌头碱计含5μg的贮备液，精密吸取贮备液适量，加50%甲醇制成每1ml按乌头碱计含1μg的混合溶液，作为对照提取物溶液。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与〔含量测定〕项下供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含双酯型生物碱以新乌头碱（$C_{33}H_{45}NO_{11}$）、次乌头碱（$C_{33}H_{45}NO_{10}$）和乌头碱（$C_{34}H_{47}NO_{11}$）的总量计，不得过80μg。

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22.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典2025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；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
48～49	26→35	74→65
49～58	35	65
58～65	35→15	65→85

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、苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含10μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加氨试液3ml，精密加入三氯甲烷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，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液25ml，40℃以下蒸干，残渣加甲醇适量使溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，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（$C_{31}H_{43}NO_9$）总量应为0.30mg～2.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g

【注意】 本品饮片性味与归经项下标示有毒。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。

【贮藏】 密封。