

附件：附桂骨痛片公示稿

附桂骨痛片（修订部分）

【检查】乌头双酯型生物碱 取本品 10 片，除去糖衣，精密称定，研细，称取 4 片的量，置具塞锥形瓶中，加乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液于 40℃ 以下减压回收溶剂至干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解，滤过，滤液加在固相萃取柱（以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg 或 200mg，容量为 6ml，预先依次用乙腈、水各 6ml 洗脱）上，依次以 0.1mol/L 盐酸溶液、甲醇、乙腈各 5ml 洗脱，待洗脱液流尽后，放置 5 分钟，继用乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液 10ml 洗脱，收集洗脱液，于 40℃ 以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液（30：70）的混合溶液 3ml 使溶解，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取乌头双酯型生物碱对照提取物适量（已标示新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的含量），精密称定，加乙腈制成每 1ml 含新乌头碱、次乌头碱和乌头碱各 0.2mg 的溶液，作为对照提取物贮备液。精密量取对照提取物贮备液 5ml，置 50ml 量瓶中，加 0.1%磷酸溶液至刻度，摇匀，作为对照提取物溶液。照高效液相色谱法（通则 0512）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（含 0.1%磷酸）的 0.03mol/L 磷酸二氢钾溶液为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 232nm；理论板数按乌头碱峰计算应不低于 60000。精密吸取对照提取物溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，对照提取物色谱中应呈现 3 个色谱峰，从左到右依次为新乌头碱、次乌头碱和乌头碱。计算新乌头碱、次乌头碱、乌头碱的含量，即得。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～38	15→26	85→74
38～39	26→35	74→65
39～49	35	65

供试品色谱中，与对照提取物三个色谱峰保留时间相对应的色谱峰的峰面积之和不得大于对照提取物色谱中乌头碱色谱峰的峰面积。

【规格】片心重 0.33g（相当于饮片 1.17g）

附桂骨通片药品标准修订说明

- 1.【检查】修订了乌头双酯型生物碱对照提取物的检查项，将对照品修订为对照提取物。
- 2.【规格】根据《中成药规格表述技术指导原则》，规范了规格项。