

附件：附桂骨痛颗粒公示稿

附桂骨痛颗粒（修订部分）

Fugui Gutong Keli

【检查】乌头双酯型生物碱 取本品适量，研细，取 3.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙腈-浓氨试液（90:10）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，弃去洗脱液，放置 5 分钟，继用乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液 10ml 洗脱，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、乌头碱含量），精密称定，加乙腈制成每 1ml 含新乌头碱、次乌头碱、乌头碱各 0.20mg 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。

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。

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

【含量测定】附子 制川乌 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

.....

本品 1g 含附子和制川乌以苯甲酰新乌头原碱（ $C_{31}H_{43}NO_{10}$ ）、苯甲酰乌头原碱（ $C_{32}H_{45}NO_{10}$ ）和苯甲酰次乌头原碱（ $C_{31}H_{43}NO_9$ ）的总量计，应为 0.080~0.732mg。

炒白芍 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

.....

本品 1g 含炒白芍以芍药苷（ $C_{23}H_{28}O_{11}$ ）计，不得少于 1.0mg。

【用法与用量】口服。一次 5g，一日 3 次，饭后服。3 个月为一疗程；如需继续治疗，必须停药一个月后遵医嘱服用。

【规格】每 1g 相当于饮片 1.4g

附桂骨通颗粒药品标准修订说明

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. 【含量测定】规范了附子、制川乌以及炒白芍的含量限度表述。
3. 【用法与用量】将服用量以“袋”计算，规范为以“g”计算。
4. 【规格】根据《中成药规格表述技术指导原则》，将规范由“每袋装 5g”规范为“每 1g 相当于饮片 1.4g”。