

附件：风湿骨痛胶囊公示稿

风湿骨痛胶囊（修订部分）

Fengshi Gutong Jiaonang

【检查】乌头碱限量 取本品内容物 4.8g，研细，用浓氨试液润湿，加三氯甲烷 20ml，冷浸过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取乌头双酯型生物碱对照提取物，加无水乙醇制成每 1ml 含乌头碱 1.0mg 的溶液，作为对照提取物溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10μl、对照提取物溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-乙醇（32：18：5）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。对照提取物色谱中应呈现 3 个斑点，其中第二个斑点为乌头碱。供试品色谱中，在与对照提取物色谱中乌头碱相应位置上，出现的斑点应小于对照提取物中乌头碱斑点或不出现斑点。

【含量测定】制川乌和制草乌 照高效液相色谱法（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；柱温 25℃。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 2000。

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 取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品和苯甲酰新乌头原碱对照品适量，精密称定，加流动相（A：B=15：85）制成每 1ml 含苯甲酰乌头原碱 20μg、苯甲酰次乌头原碱 50μg 和苯甲酰新乌头原碱 0.1mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 粒的内容物，精密称定，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 400W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 0.1mol/L

盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，离心。精密量取上清液 10ml，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，500mg，6ml 或 12ml，依次用乙腈、水各 6ml 预洗）上，依次以水 3ml、氨溶液（5→100）、水、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，精密加入流动相（A：B=15：85）3ml 使溶解，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含制川乌和制草乌以苯甲酰乌头原碱（ $C_{32}H_{45}NO_{10}$ ）、苯甲酰次乌头原碱（ $C_{31}H_{43}NO_9$ ）和苯甲酰新乌头原碱（ $C_{31}H_{43}NO_{10}$ ）的总量计，应为 0.081～0.198mg。

【规格】 每粒装 0.3g（相当于饮片 0.63g）

风湿骨痛胶囊药品标准修订说明

1. **【检查】** 修订了乌头碱限量检查项，将乌头碱对照品修订为乌头双酯型生物碱对照提取物；
2. **【含量测定】** 删除了原标准中紫外分光光度法测定乌头总生物碱的含量测定项，将其修订为高效液相色谱法测定 3 个单酯型生物碱总量。
3. **【规格】** 根据《中成药规格表述技术指导原则》，规范了规格项。