

两面针配方颗粒

Liangmianzhen Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物两面针 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC.的干燥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】 取两面针饮片 12000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 4.5%~6.8%），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】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.3g，研细，加甲醇-1%盐酸溶液（1：1）25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 15ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 15ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取两面针对照药材 0.5g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇-1%盐酸溶液（1：1）25ml，同法制成对照药材溶液。再取氯化两面针碱对照品、白屈菜红碱对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 5 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液（10：2：1：0.5：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%三氟乙酸溶液（含 0.05%三乙胺）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 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 273nm。理论板数按氯化两面针碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	10	90
3~8	10→13	90→87
8~12	13→23	87→77
12~25	23	77

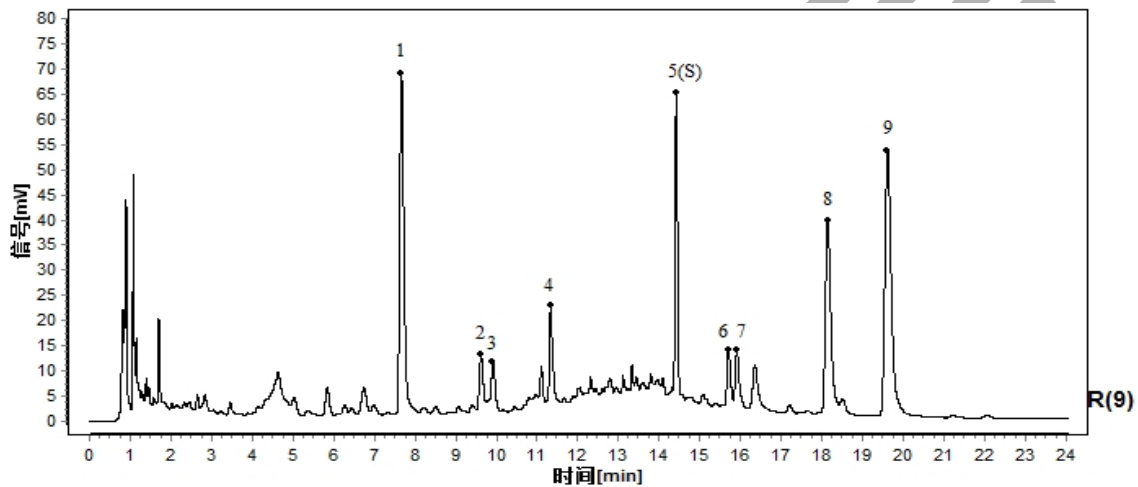
参照物溶液的制备 取两面针对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、橙皮苷对照品

适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含木兰花碱 20 μ g、橙皮苷 40 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 5 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与橙皮苷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 \pm 10%范围之内，规定值为：0.66（峰 2）、0.68（峰 3）、0.78（峰 4）、1.09（峰 6）、1.10（峰 7）、1.25（峰 8）、1.35（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1：木兰花碱；峰 5 (S)：橙皮苷；峰 6：盐酸血根碱；峰 8：氯化两面针碱；峰 9：白屈菜红碱

色谱柱：ACQUITY CSH C18, 2.1mm \times 100mm, 1.7 μ m

【检查】毛两面针 取毛两面针素对照品，加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。另取〔含量测定〕项下的供试品溶液，作为供试品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-三氯甲烷-甲醇（2：13：1）为展开剂，预饱和 20 分钟，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的荧光斑点。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 28.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以乙腈-0.05%三氟乙酸溶液（含 0.05%三乙胺）（25：75）为流动相；检测波长为 273nm。理论板数按氯化两面针碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取氯化两面针碱对照品、白屈菜红碱对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含氯化两面针碱 20 μ g、白屈菜红碱 25 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，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）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，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含氯化两面针碱 ($C_{21}H_{18}NO_4 \cdot Cl$) 和白屈菜红碱 ($C_{21}H_{18}NO_4^+$) 的总量应为 3.5mg~10.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g

【注意】 不能过量服用；忌与酸味食物同服。

【贮藏】 密封。