

两头尖配方颗粒

LiangtoujianPeifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物多被银莲花 *Anemone raddeana* Regel 的干燥根茎经加工并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取两头尖饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~25%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒，气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取两头尖对照药材 5g，置索氏提取器中，加甲醇适量，加热回流提取 3 小时，提取液回收溶剂至干，残渣加甲醇 10ml 溶解，作为对照药材溶液。再取竹节香附素 A 对照品，加甲醇制成每 1ml 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，吸取上述三种溶液各 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（7 \square 3 \square 1）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 \square 加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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 0.2% 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 0.30ml；柱温为 30 \square ；检测波长为 206nm。理论板数按竹节香附素 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	5	95
10~35	5 \rightarrow 35	95 \rightarrow 65
35~50	35 \rightarrow 82	65 \rightarrow 18
50~50.1	82 \rightarrow 90	18 \rightarrow 10
50.1~55	90	10

参照物溶液的制备 取两头尖对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入 50% 甲醇 50ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取菊苣酸对照品、竹节香附素 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 20 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

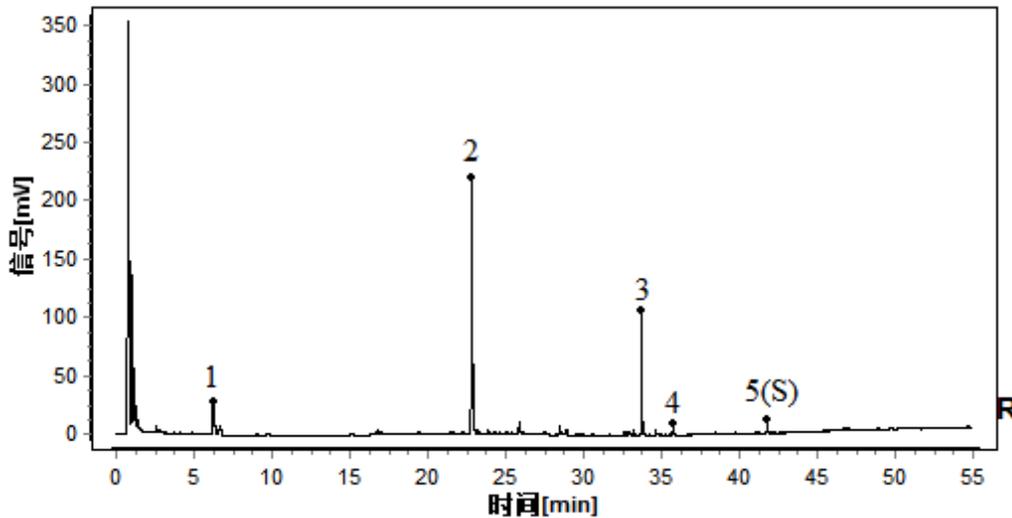
供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入 50% 甲醇 50ml，

广东省中药配方颗粒质量标准

超声处理（功率 300W，频率 40kHz）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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与竹节香附素A参照物峰相对应的峰为S峰，计算 峰3、峰4与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围以内，规定值为：0.81（峰3）、0.86（峰4）。



对照特征图谱

峰 1：单咖啡酰酒石酸；峰 2：菊苣酸；峰 5（S）：竹节香附素 A
参考色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18，2.1mm \times 100mm，1.7 μ m

【检查】 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】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 20.0%。

【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，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；柱温为 30 \square ；检测波长为 206nm。理论板数按竹节香附素 A 峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	47	53
7~15	47 \rightarrow 55	53 \rightarrow 45

对照品溶液的制备 取竹节香附素 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，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，置索氏提取器中，加甲醇适量，加热回流提取 3 小时，提取液回收溶剂至干，残渣加甲醇溶解，并转移至 10ml 量瓶中，用甲醇稀释刻度，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

广东省中药配方颗粒质量标准

本品每 1g 含竹节香附素 A ($C_{47}H_{76}O_{16}$) 应为 1.5mg~10.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.0g

【贮藏】 密封。