

## 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. 的干燥根经炮制加工并按标准汤剂的主要质量指标制成的配方颗粒。

**【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 5.0%~8.3%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，分装，即得。

**【性状】** 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微香，味苦。

**【鉴别】** （1）取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取两面针对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，同法制成对照药材溶液。再取氯化两面针碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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 5 $\mu$ l、对照药材溶液 10 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（20：5：3：0.1）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。

（2）取乙氧基白屈菜红碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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〔鉴别〕（1）项下供试品溶液与对照药材溶液各 10 $\mu$ l、上述对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（20：5：1：0.1）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液（含 0.25%三乙胺）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 25℃；检测波长为 271nm。理论板数按氯化两面针碱峰计算应不低于 2500。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~60	10→16	90→84
60~90	16→21	84→79
90~110	21→32	79→68
110~115	32→100	68→0

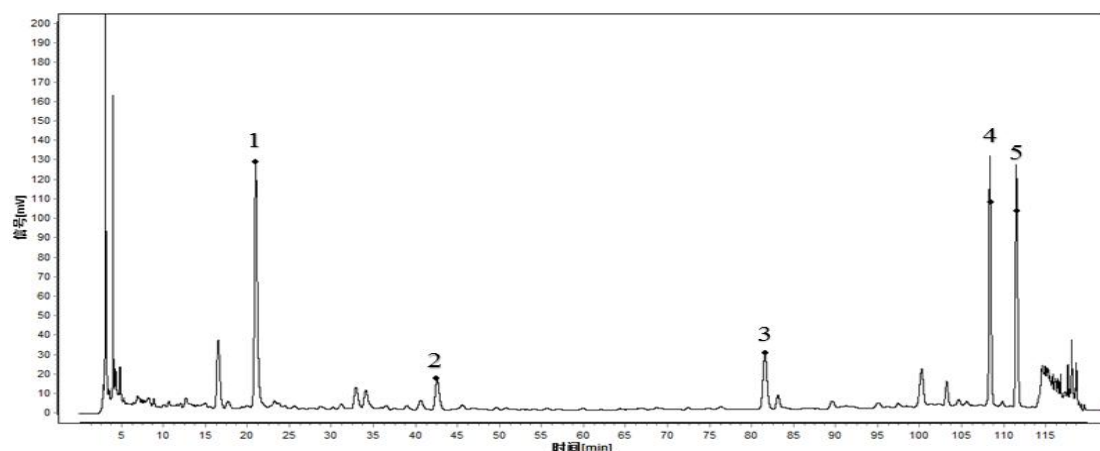
## 广东省中药配方颗粒质量标准

**参照物溶液的制备** 取两面针对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取氯化两面针碱对照品、乙氧基白屈菜红碱对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 各含 50 $\mu$ 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 0.5g，加 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，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 10 $\mu$ 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 4、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 4：氯化两面针碱；峰 5：乙氧基白屈菜红碱  
参考色谱柱：5 TC-C18 (2)，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ 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。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取（鉴别）（1）项下供试品溶液 10 $\mu$ l、上述对照品溶液 2 $\mu$ 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，应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】** 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 31.0%。

**【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%甲酸溶液（用三乙胺调节 pH 值至 4.5）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30 $^{\circ}$ 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 2500。

## 广东省中药配方颗粒质量标准

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	20→50	80→50
30~35	50→100	50→0

**对照品溶液的制备** 取氯化两面针碱对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 10 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，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 70%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 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪中，测定，即得。

本品每 1g 含氯化两面针碱（C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>4</sub>）应为 1.4mg~5.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g

**【贮藏】** 密封。