

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 5.0%~8.3%),干燥(或干燥,粉碎),加辅料适量,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 1g,研细,加甲醇 25ml,超声处理 30 分钟,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。另取两面针对照药材 1g,加水 50ml,煮沸 30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣自“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 μ l、对照药材溶液 10 μ l、对照品溶液 2 μ 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)项下供试品溶液及对照药材溶液各 10 μ l、上述对照品溶液 2 μ 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,置以浓氨试液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。

色谱条件与系统适应性 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 250mm,柱内径为 4.6mm,粒径为 5 μ m),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;检测波长为 271nm,柱温为 25 $^{\circ}$ C,流速为每分钟 1.0ml。理论板数按氯化两面针碱峰计算应不低于 2500。

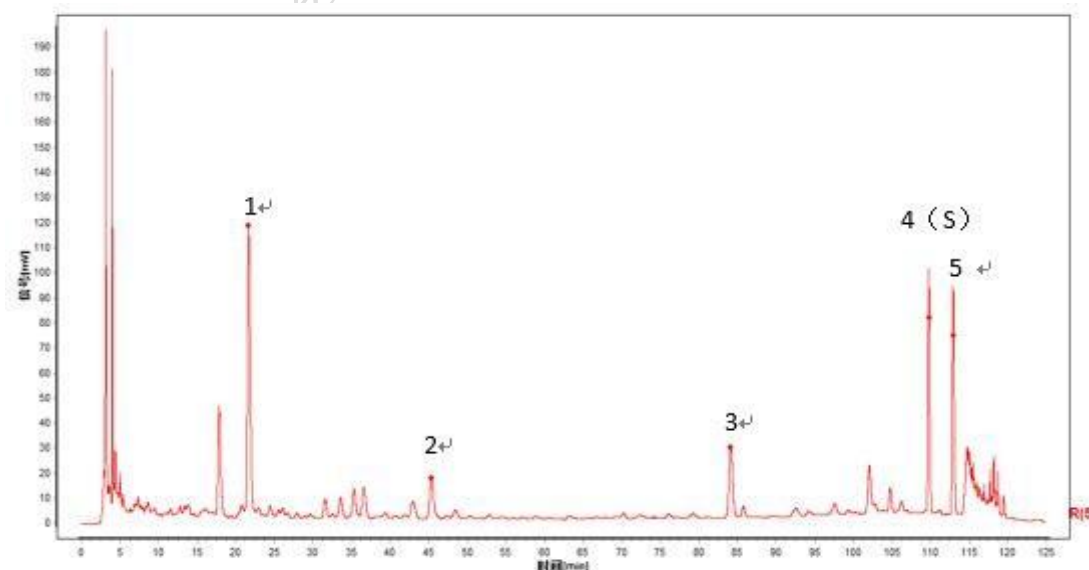
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~60	10→16	90→84
60~90	16→21	84→79
90~110	21→32	79→68
110~115	32→100	68→0
115~120	100→10	0→90
120~125	10	90

参照物溶液制备 取两面针对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，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，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取氯化两面针碱、乙氧基白屈菜红碱对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液、供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中 4、5 号峰应分别与氯化两面针碱、乙氧基白屈菜红碱对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰1: 木兰花碱; 峰4 (S峰): 氯化两面针碱; 峰5乙氧基白屈菜红碱

色谱柱: Agilent 5TC-C18, 250mm×4.6mm, 5μm

【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 10μl、对照品溶液 2μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚 (60~90℃) -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, 研细, 取约 2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 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 21.0%。

【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-三乙胺 (pH4.5) 为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为 273nm, 柱温为 30℃, 流速为每分钟 1.ml, 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 (%)
0~30	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 10μg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品, 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 10μl, 注入液相色谱仪中, 测定, 即得。

本品按干燥品计算，每1g含氯化两面针碱（ $C_{21}H_{18}O_4 Cl$ ）应为1.5~5.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.0g。

【贮藏】 密封。

宁夏中药配方颗粒标准公示稿