

两面针配方颗粒

Liangmianzhen Peifangkeli

【制法】取两面针饮片 12000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（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”起，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 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 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 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，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	10	90
60	16	84
90	21	79

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

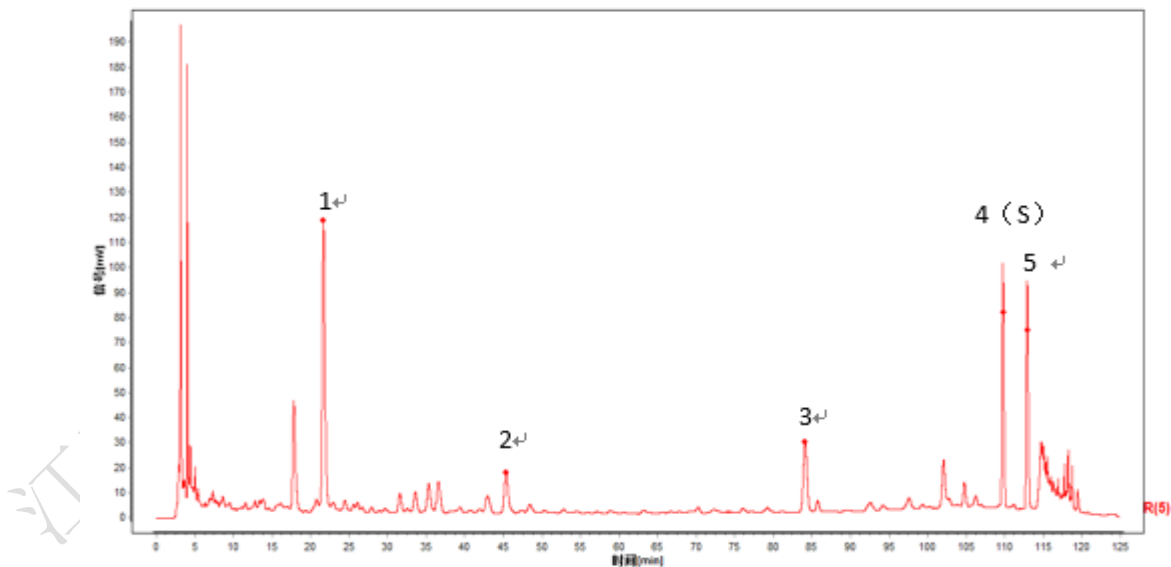
110	32	68
115	100	0
120	10	90
125	10	90

参照物溶液制备 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 30 分钟，取出，放冷，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 各含 50 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，研细，取 0.5g，加 70% 甲醇 50ml，超声处理 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，即得。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中 5 个保留时间相对应的特征峰，峰 4、峰 5 应分别与对照品参照物峰的相对保留时间相对应。峰 2、峰 3 与 S 峰（峰 4）的相对保留时间依次约为：0.39、0.75。



对照特征图谱

峰 4 (S 峰): 氯化两面针碱 峰 5 乙氧基白屈菜红碱
色谱柱: 5 TC-C18(2) (250mm \times 4.6mm, 5 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。照薄层色谱法（中国药典 通则 0502）试验，吸取**【鉴别】**（1）项下供试品溶液 10 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

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 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 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 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，按下表梯度洗脱；柱温为 30℃；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。

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

供试品溶液的制备方法 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 ml50ml，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。

本品每 1g 含氯化两面针碱（C₂₁H₁₈O₄ Cl）应为 1.4~5.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g

【贮藏】密封。