

## 两头尖配方颗粒

### Liangtoujian Peifangkeli

**【来源】** 本品为毛茛科植物多被银莲花 *Anemone raddeana* Regel 的干燥根茎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 1g，研细，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 使溶解，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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（7:3:1）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 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点或荧光主斑点，在与对照品色谱相应的位置上，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 $\mu$ 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 40 $^{\circ}$ C；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→17	95→83
10~23	17→29	83→71
23~28	29	71
28~33	29→45	71→55
33~45	45→80	55→20

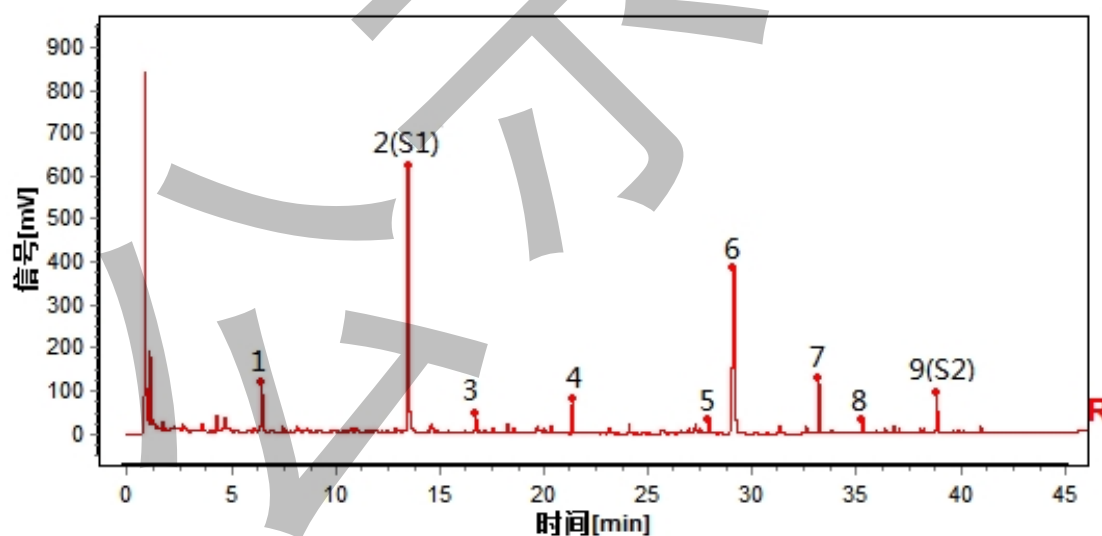
**参照物溶液的制备** 取两头尖对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml

使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次，每次 25ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液作为对照品参照物溶液。再取咖啡酸对照品、菊苣酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含咖啡酸 50 $\mu$ g、菊苣酸 100 $\mu$ 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，取约 0.5g，加 70% 甲醇 25ml，照对照药材参照物溶液的制备方法，同法制成供试品溶液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 $\mu$ 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 1~2、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与菊苣酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 3~4 与 S1 峰的相对保留时间；与竹节香附素 A 对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5~8 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$  范围之内，规定值为：1.24（峰 3）、1.59（峰 4）、0.72（峰 5）、0.75（峰 6）、0.85（峰 7）、0.91（峰 8）；计算峰 1、峰 4 与 S1 峰的相对峰面积，峰 8 与 S2 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 0.08（峰 1）、0.06（峰 4）、0.14（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1：咖啡酸；峰 2（S1）：菊苣酸；峰 9（S2）：竹节香附素 A

色谱柱：BEH C18，2.1mm $\times$ 100mm，1.7 $\mu$ 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，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 27.0%。

**【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；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→55	53→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，加甲醇至刻度，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每 1g 含竹节香附素 A (C<sub>47</sub>H<sub>76</sub>O<sub>16</sub>) 应为 2.0mg~6.5mg。

**【注意】** 孕妇禁用。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

**【贮藏】** 密封。