

# 兩面針

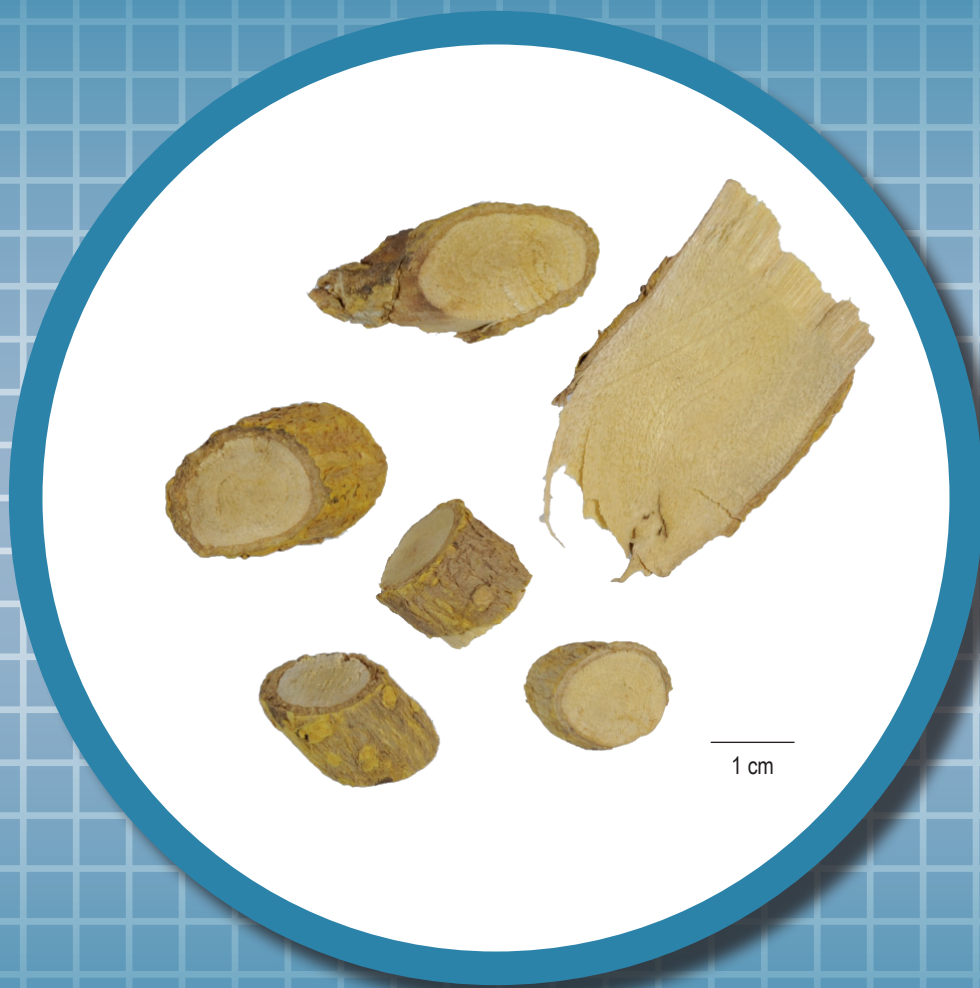


圖 1 兩面針外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名：Zanthoxyli Radix

中文名：兩面針

漢語拼音名：Liangmianzhen

## 2. 來源

本品為芸香科植物兩面針 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC. 的乾燥根。全年均可採挖，洗淨，切片或段，曬乾。

## 3. 性狀

本品為厚片或圓柱形彎曲的段塊，長 0.4-11 cm，寬 0.4-5 cm，厚 1-34 mm。表面淡棕黃色或淡黃色，具粗縱皺紋，有的具橫裂隙；皮孔突起，亮黃色或黃棕色，類圓形。切面較光滑；皮部淡棕色，木部淡黃色，可見同心環紋和密集的小孔。質堅硬。氣微香，味辛，麻舌而苦(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓層由 10-15 列細胞組成。韌皮部有油細胞散在，直徑 28-122  $\mu\text{m}$ 。韌皮部外緣有木化的纖維，單個或 2-5 個成群。粗根的韌皮部有石細胞。韌皮部有少數草酸鈣方晶和油細胞散在。木質部導管單個散在或 2-4 個成群，放射狀排列；木射線寬 1-3 列細胞(圖 2)。

## 粉末

黃棕色。單粒澱粉粒寬卵形或類圓形，直徑 3-25  $\mu\text{m}$ ，偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒澱粉粒由 2-3 個分粒組成。石細胞淡黃綠色，類方形、類長方形、類圓形、梭形或條形，相對較大，長 16-225  $\mu\text{m}$ ，寬 12-131  $\mu\text{m}$ ，壁厚薄不均，具壁厚者有明顯紋理，具壁薄者則有細紋孔。草酸鈣方晶單個散在或存在於薄壁細胞中，形狀多種，短杆狀、菱形或不規則多邊形，偏光顯微鏡下呈亮橙色。導管主為具緣紋孔導管，直徑 14-182  $\mu\text{m}$ 。木栓細胞棕色，表面觀呈多邊形或長多邊形，壁稍厚，有的胞腔含棕色物。纖維較長，壁稍厚，木化，偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

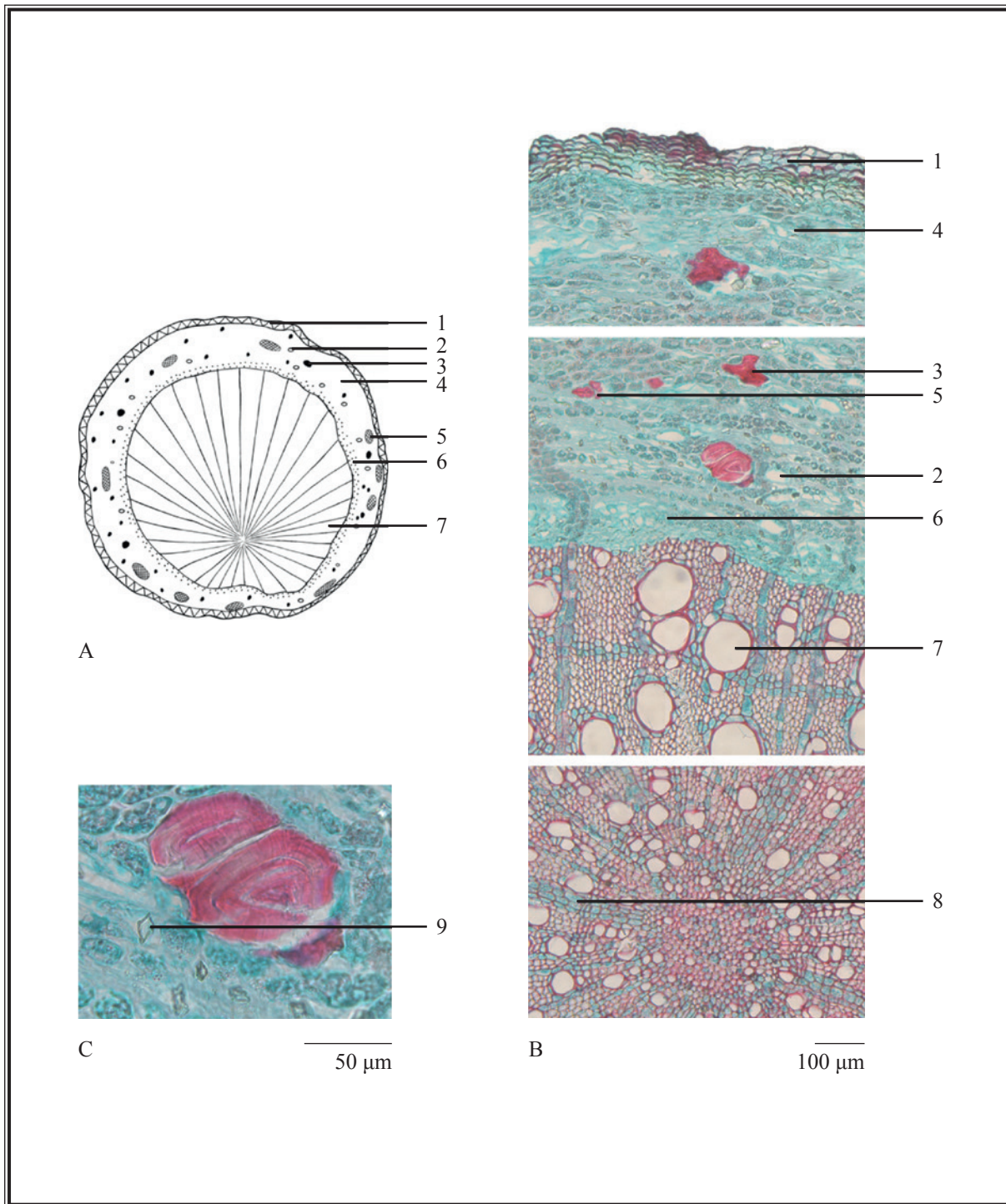


圖 2 兩面針橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣方晶

- 1. 木栓層 2. 油細胞 3. 石細胞 4. 皮層 5. 纖維 6. 韌皮部
- 7. 木質部 8. 木射線 9. 草酸鈣方晶

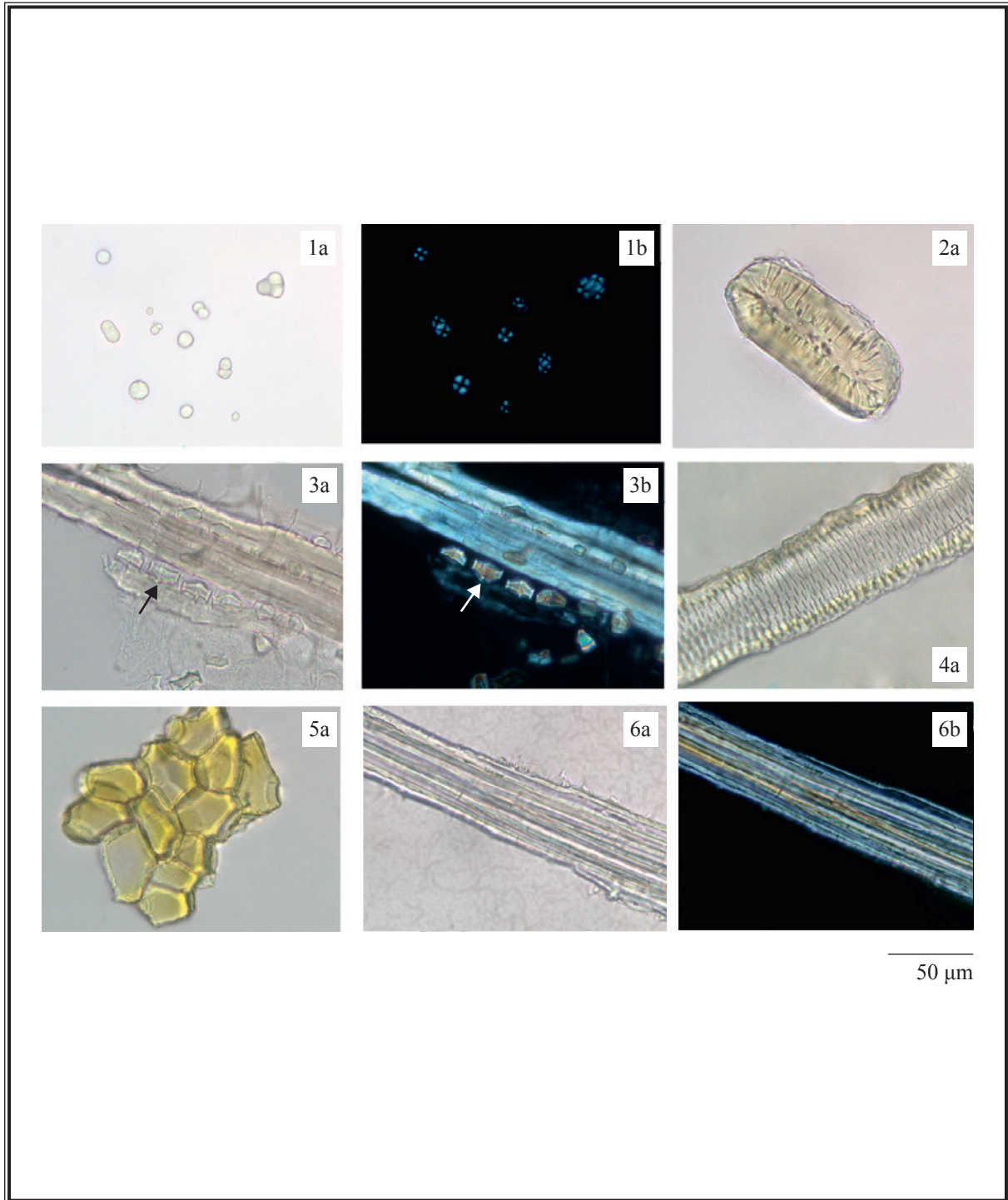


圖 3 兩面針粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 石細胞 3. 草酸鈣方晶 4. 具緣紋孔導管 5. 木栓細胞 6. 纖維

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵



## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

### 對照品溶液

#### 氯化白屈菜紅鹼對照品溶液

取氯化白屈菜紅鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 20 mL 70% 乙醇中。

#### 氯化兩面針鹼對照品溶液

取氯化兩面針鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 20 mL 70% 乙醇中。

### 展開劑

製備環己烷－乙酸乙酯(1:1, v/v)的混合溶液。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(150 W)處理 10 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取氯化白屈菜紅鹼對照品溶液 0.5  $\mu$ L、氯化兩面針鹼對照品溶液 1  $\mu$ L 和供試品溶液 1  $\mu$ L，點於同一高效矽膠 F<sub>254</sub> 薄層板上。加上述新製備的展開劑置雙槽層析缸一槽中，加 25% (v/v) 氨溶液 10 mL 於另一槽內，預先飽和 15 分鐘，再將薄層板置展開劑的槽中，展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算  $R_f$  值。

供試品色譜應顯出與氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶。

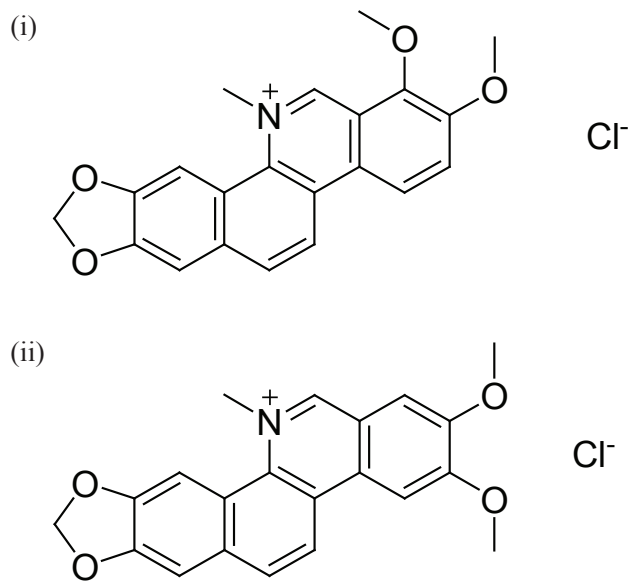


圖 4 化學結構式 (i) 氯化白屈菜紅鹼 (ii) 氯化兩面針鹼

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

氯化白屈菜紅鹼對照品溶液 *Std-FP* (6 mg/L)

取氯化白屈菜紅鹼對照品 0.6 mg，溶解於 100 mL 70% 乙醇中。

氯化兩面針鹼對照品溶液 *Std-FP* (6 mg/L)

取氯化兩面針鹼對照品 0.6 mg，溶解於 100 mL 70% 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次。合併上清液，加 70% 乙醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 273 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為乙腈 - 0.05% 三氟醋酸和 0.05% 三乙胺(27:73, v/v) 的混合溶液；流程約 55 分鐘。

### 系統適用性要求

吸取氯化白屈菜紅鹼對照品溶液 Std-FP 和氯化兩面針鹼對照品溶液 Std-FP 各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰計算均應不低於 8700。

供試品測試中 4 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 5)。

### 操作程序

分別吸取氯化白屈菜紅鹼、氯化兩面針鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 5)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰。二色譜圖中氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

兩面針提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 兩面針提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.60	$\pm 0.03$
2	0.65	$\pm 0.03$
3	0.81	$\pm 0.03$
4 (指標成份峰，氯化兩面針鹼)	1.00	-
5 (氯化白屈菜紅鹼)	1.33	$\pm 0.03$



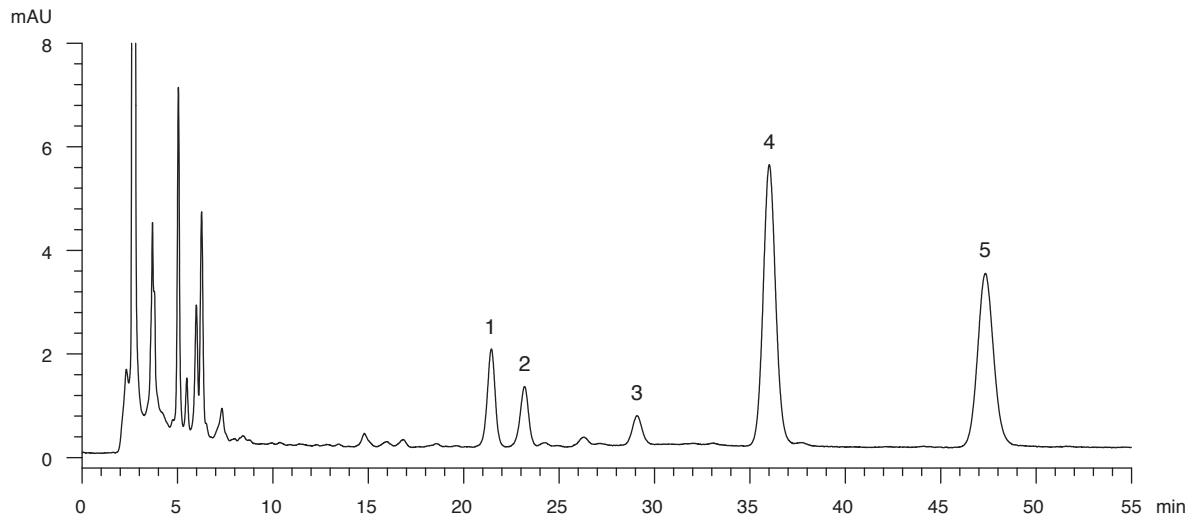


圖 5 兩面針提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 5 個特徵峰(圖 5)。

## 5. 檢查

5.1 重金屬(附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留(附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素(附錄 VII)：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留(附錄 XVII)：應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 1.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 4.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

## 5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 6.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 6.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 50 mg/L)

精密稱取氯化白屈菜紅鹼對照品和氯化兩面針鹼對照品各 0.5 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼混合對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含氯化白屈菜紅鹼和含氯化兩面針鹼分別為 1、2、4、10、16 mg/L 系列的混合對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲 (150 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次。合併上清液，加 70% 乙醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 273 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為乙腈 - 0.05% 三氟醋酸和 0.05% 三乙胺 (27:73, v/v) 的混合溶液；流程約 55 分鐘。

### 系統適用性要求

將氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼混合對照品溶液 Std-AS (各 4 mg/L) 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰計算均應不低於 8700。

供試品測試中氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

### 標準曲線

將氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中氯化白屈菜紅鹼峰和氯化兩面針鹼峰。二色譜圖中氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中白屈菜紅鹼和兩面針鹼的百分含量 (氯化白屈菜紅鹼和氯化兩面針鹼的百分含量乘以換算系數 0.907)。

### 限度

按乾燥品計算，本品含白屈菜紅鹼 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>NO<sub>4</sub>) 和兩面針鹼 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>NO<sub>4</sub>) 的總量不少於 0.30%。