

兩頭尖



圖 1 兩頭尖外觀圖

A. 兩頭尖

B. 根莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Anemones Raddeanae Rhizoma

中文名：兩頭尖

漢語拼音名：Liangtoujian

2. 來源

本品為毛茛科植物多被銀蓮花 *Anemone raddeana* Regel 的乾燥根莖。夏季採挖，除去鬚根，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品呈類長紡錘形，兩端尖細，兩端有時折斷，微彎曲，其中近一端處較膨大，長 1-3 cm，直徑 2-7 mm。表面棕褐色至棕黑色，具微細縱皺紋，膨大部位常有 1-3 個支根痕呈魚鱗狀，偶見不明顯的 3-5 環節。質硬而脆，易折斷，斷面略平坦，類白色至灰褐色，略角質樣。氣微，味先淡後微苦而麻辣(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微特徵 (附錄 III)

橫切面

表皮細胞 1 列，切向延長，外壁增厚。皮層由 10 餘列類圓形薄壁細胞組成。維管束外韌型，十餘個斷續排成環狀。韌皮細胞皺縮。木質部導管 6-24 個。射線寬闊。髓部較大，由類圓形薄壁細胞組成。薄壁細胞充滿澱粉粒(圖 2)。

粉末

灰棕色。澱粉粒眾多，單粒類圓形至橢圓形，直徑 2-13 μm ，臍點狀或裂隙狀，層紋不明顯，偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒由 2-4 分粒組成。表皮細胞棕黃色至紅棕色，外壁木栓化增厚，常呈脊狀或瘤狀突入細胞內。網紋，螺紋或梯紋導管多見，少有具緣紋孔導管，直徑 10-38 μm 。薄壁細胞類圓形(圖 3)。

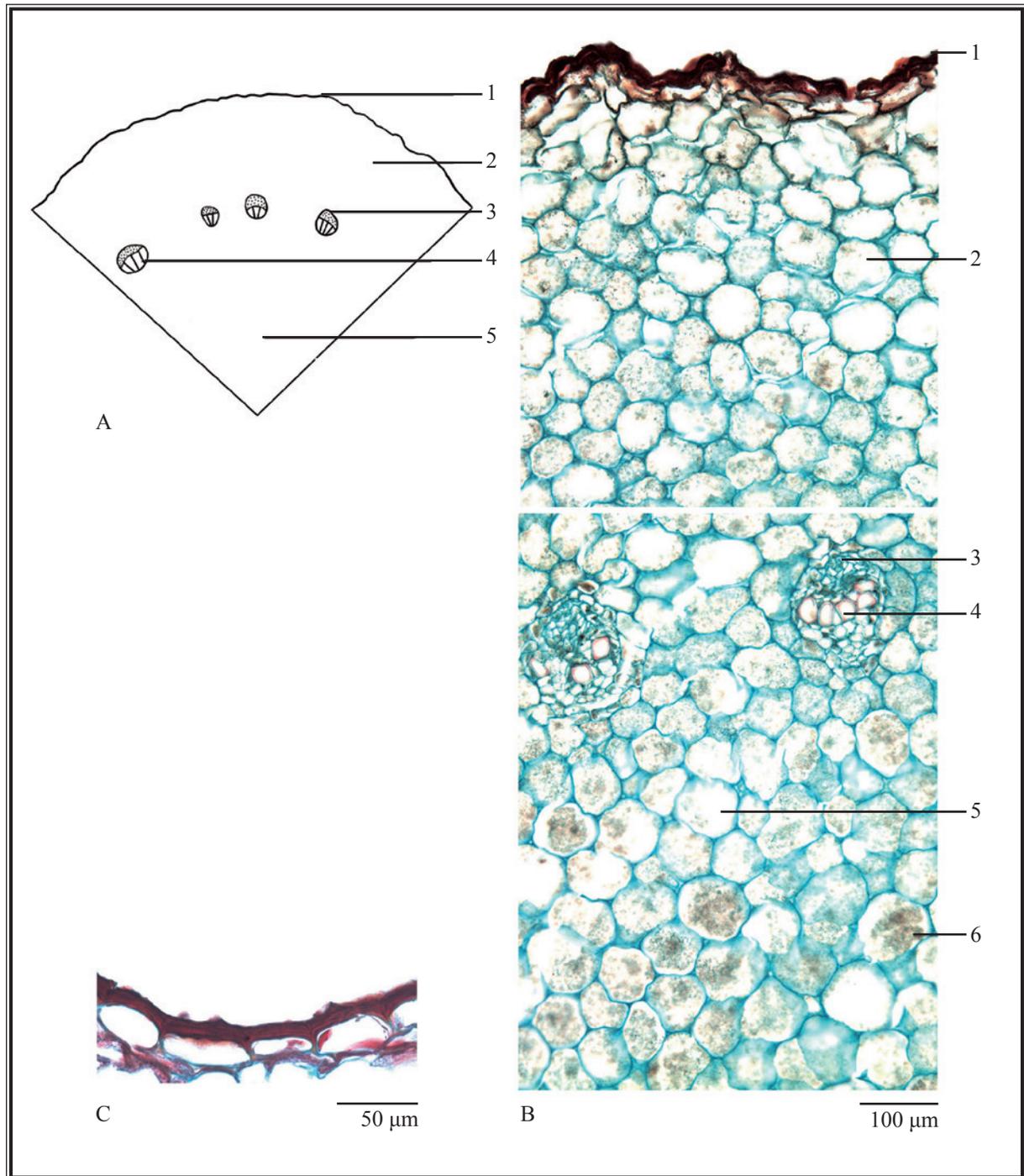


圖 2 兩頭尖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 表皮

1. 表皮 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 木質部 5. 髓 6. 澱粉粒

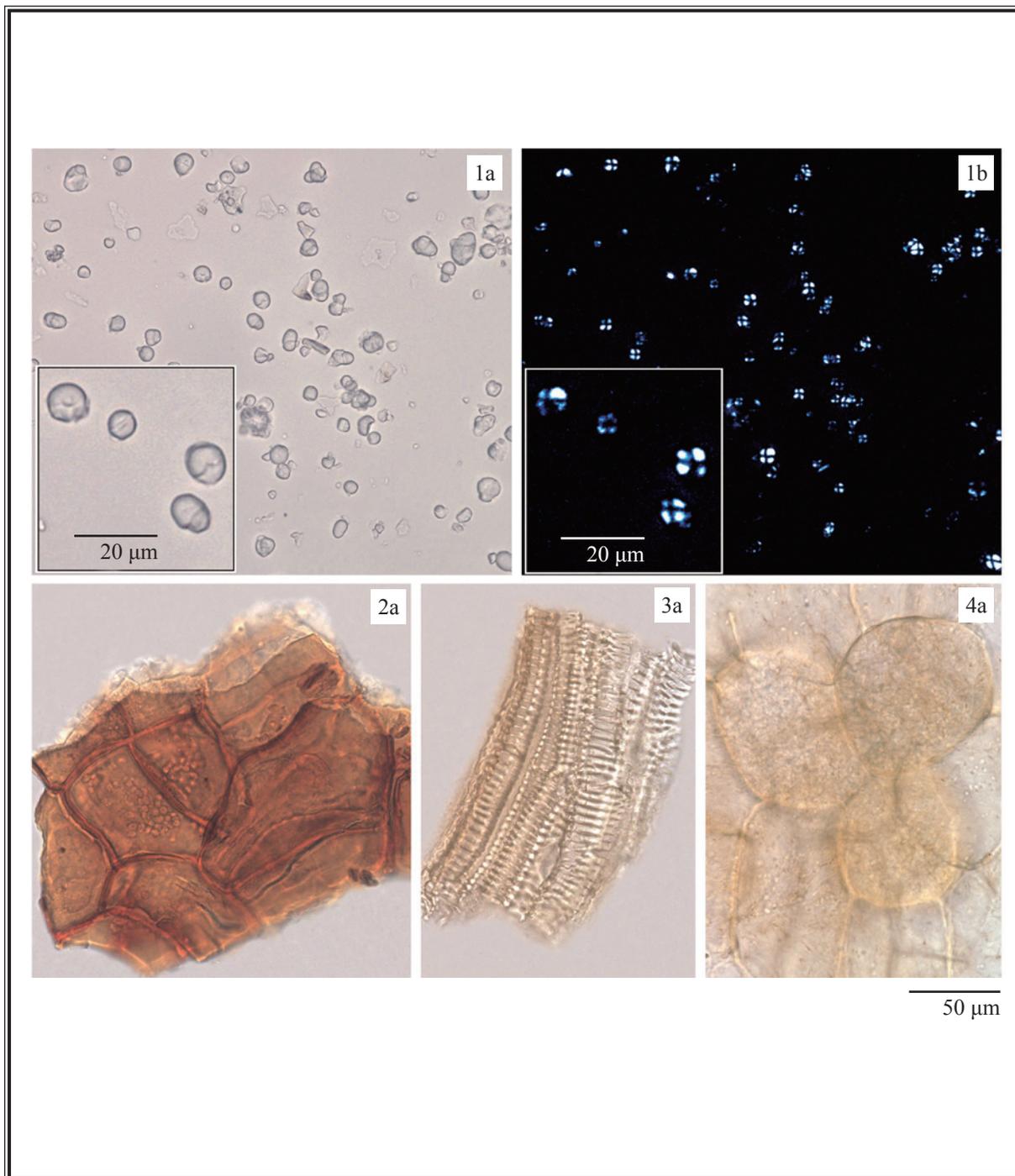


圖 3 兩頭尖粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 表皮細胞 3. 導管 4. 薄壁細胞

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

竹節香附素 A 對照品溶液

取竹節香附素 A 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 95% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 - 二氯甲烷 - 甲醇 - 水 (4:3:2:0.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 95% 乙醇 20 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 95% 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取竹節香附素 A 對照品溶液和供試品溶液各 1 μ L，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱 (約 10 分鐘)。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

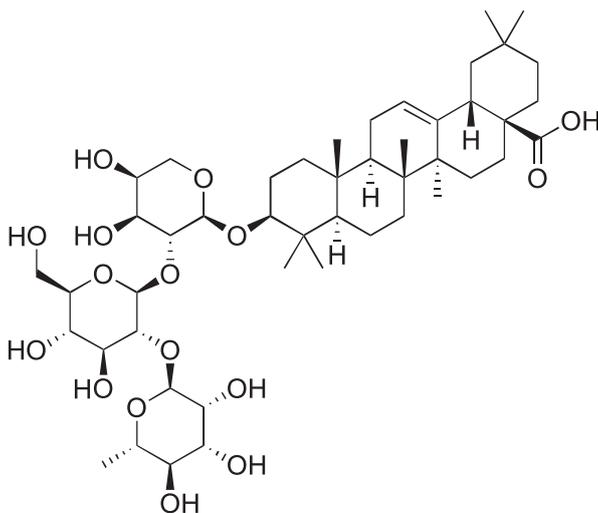


圖 4 竹節香附素 A 化學結構式

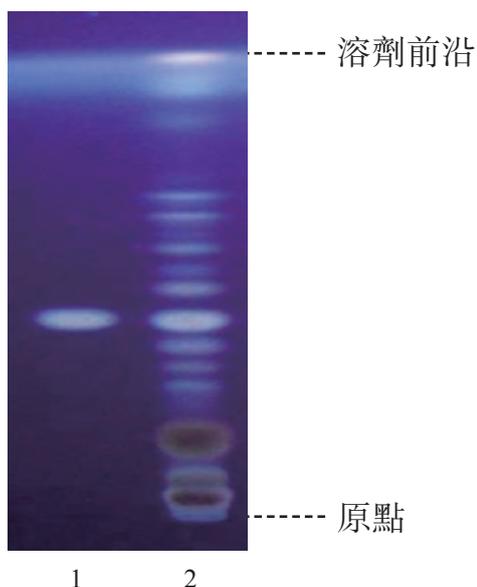


圖5 兩頭尖提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 竹節香附素 A 對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與竹節香附素 A 色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

竹節香附素 A 對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取竹節香附素 A 對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 5.0 g，置 50-mL 離心管中，加 95% 乙醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $5000 \times g$)。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 95% 乙醇至刻度。用 0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 206 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。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 60	85 → 40	15 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取竹節香附素 A 對照品溶液 Std-FP 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：竹節香附素 A 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；竹節香附素 A 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按竹節香附素 A 峰計算應不低於 150000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取竹節香附素 A 對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中竹節香附素 A 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中竹節香附素 A 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中竹節香附素 A 峰。二色譜圖中竹節香附素 A 峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

兩頭尖提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 兩頭尖提取液 4 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	0.26	± 0.04
2	0.53	± 0.03
3	0.61	± 0.03
4 (指標成份峰, 竹節香附素 A)	1.00	-

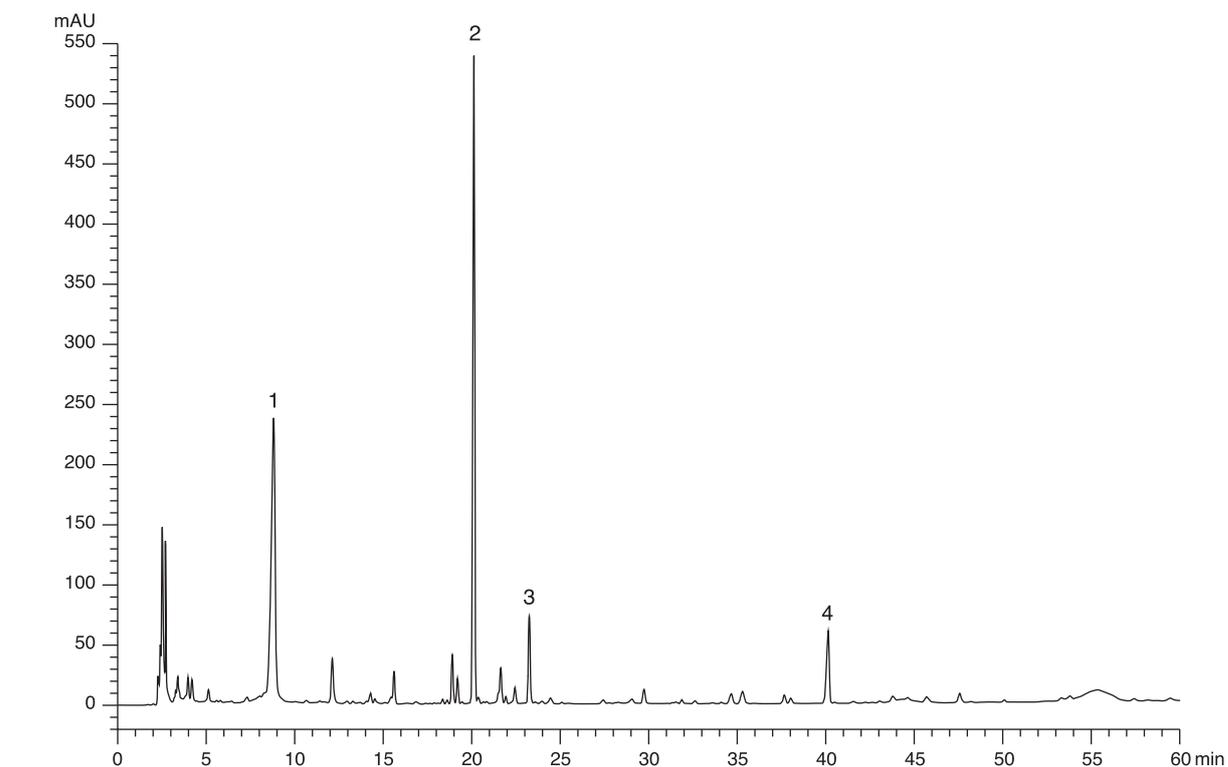


圖 6 兩頭尖提取液對照指紋圖譜

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 4 個特徵峰(圖 6)。

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 XVI)：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 3.5%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 16.0%。

註：因水溶性浸出物具有高黏性，故未有建議其有關規定。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

竹節香附素 A 對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取竹節香附素 A 對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 乙醇中。

竹節香附素 A 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取竹節香附素 A 對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含竹節香附素 A 分別為 5、100、200、300、400 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 5.0 g，置 50-mL 離心管中，加 95% 乙醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $5000 \times g$)。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 95% 乙醇至刻度。用 0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

山豆根

Saururi Herba 三白草

牡荊葉

車前草

蓮鬚

Saussureae Involucratae Herba

Polygoni Perfoliati Herba

北豆根

Loniceræ Flos

Plantaginis Herba

Bruceae Fructus 鴉膽子

天山雪蓮

白花丹

杠板歸

Menispermī Rhizoma

山銀花

兩頭尖

Plumbaginis Zeylanicae Radix

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 206 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。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 60	85 → 40	15 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

將竹節香附素 A 對照品溶液 Std-AS (200 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：竹節香附素 A 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；竹節香附素 A 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按竹節香附素 A 峰計算應不低於 150000。

供試品測試中竹節香附素 A 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將竹節香附素 A 系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以竹節香附素 A 的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、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。與竹節香附素 A 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中竹節香附素 A 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中竹節香附素 A 峰。二色譜圖中竹節香附素 A 相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中竹節香附素 A 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中竹節香附素 A 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含竹節香附素 A (C₄₇H₇₆O₁₆) 不少於 0.11%。