

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021060

### 虎杖配方颗粒

#### Huzhang Peifangkeli

**【来源】** 本品为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb.et Zucc.的干燥根茎及根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】** 取虎杖饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~22%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

**【鉴别】** 取本品 0.15g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取虎杖对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品、虎杖苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 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，吸取上述供试品溶液与对照药材溶液各 2 $\mu$ l，虎杖苷对照品溶液 2 $\mu$ l，大黄素对照品溶液 1 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（4：1：0.1）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% 甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 290nm。理论板数按虎杖苷峰计算应不低于 3000。

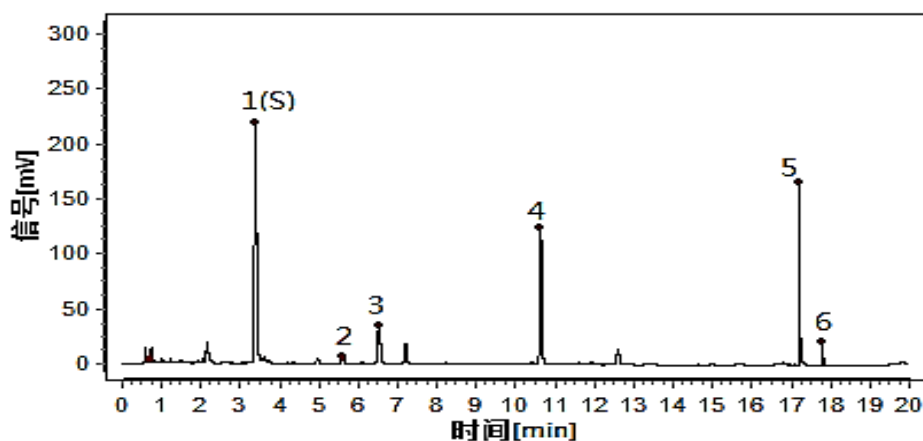
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	12→20	88→80
7~10	20→28	80→72
10~12	28	72
12~15	28→30	72→70
15~16	30→80	70→20
16~18	80	20
18~18.01	80→12	20→88
18.01~20	12	88

**参照物溶液的制备** 取虎杖对照药材 0.4g，加水 40ml，煮沸 30 分钟，滤过，取滤液蒸干，残渣加甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取虎杖苷对照品、白藜芦醇对照品、大黄素对照品、大黄素甲醚对照品和大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同（含量测定）虎杖苷项。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中 5 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与虎杖苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：1.65（峰 2）；计算峰 4 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：不低于 0.22（峰 4）



对照特征图谱

峰 1 (S)：虎杖苷；峰 3：白藜芦醇；峰 4：大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷

峰 5：大黄素；峰 6：大黄素甲醚

色谱柱 Acquity BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

**【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 30.0%。

**【含量测定】 大黄素** 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 50mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7μm），以甲醇-0.1%磷酸溶液（80：20）为流动相；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 2500。

**对照品溶液的制备** 取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 24μg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.15g，精密称定，精密加入三氯甲烷 50ml 和 2.5mol/L 硫酸溶液 20ml，称定重量，置 80℃水浴中加热回流 2 小时，冷却至室温，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀。分取三氯甲烷液，精密量取 5ml，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含大黄素 ( $C_{15}H_{10}O_5$ ) 应为 9.0mg~24.0mg。

**虎杖苷** 避光操作。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 50mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.7 $\mu$ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.2% 甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.4ml; 柱温为 40 $^{\circ}$ C; 检测波长为 306nm。理论板数按虎杖苷峰计算应不低于 2500。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~3	12	88
3~5	12→75	88→25
5~8	75	25
8.01~10	12	88

对照品溶液的制备 取虎杖苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 80 $\mu$ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.15g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 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 1 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含虎杖苷 ( $C_{20}H_{22}O_8$ ) 应为 21.0mg~61.0mg。

**【注意】** 孕妇慎用。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g。

**【贮藏】** 密封。