

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021116

首乌藤配方颗粒

Shouwuteng Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥藤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】 取首乌藤饮片 6000g，加水煎煮，滤过，浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9%-16.5%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕色颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 取本品 0.25g，研细，加乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 3ml 使溶解，作为供试品溶液。另取首乌藤对照药材 0.25g，加水 20ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 50ml，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 80 μ g 的溶液；2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，分别作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版 通则 0502）试验，吸取供试品溶液、对照品溶液各 3 μ l，对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（7：2：0.5）为展开剂，预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显两个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。

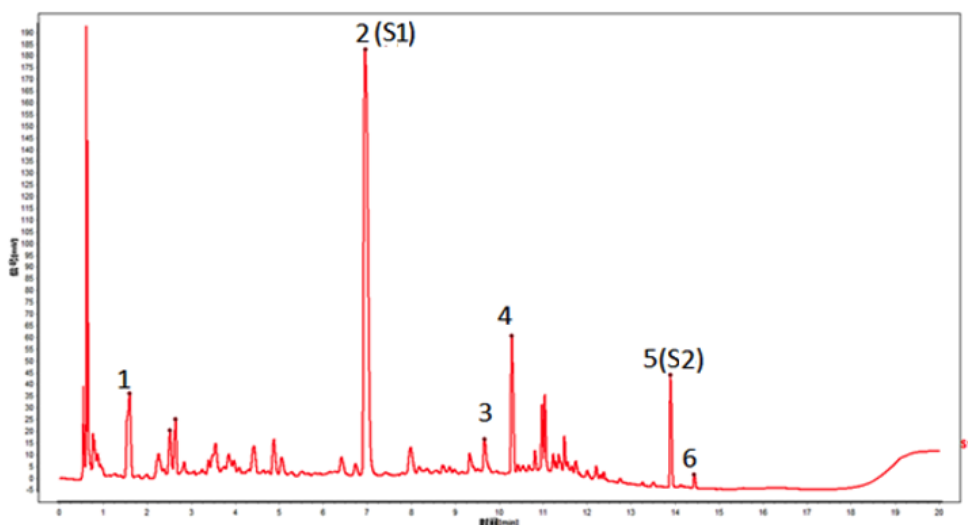
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）大黄素项下。

参照物溶液的制备 取首乌藤对照药材 1g，加水 25ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液减压蒸干，残渣加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，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 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应，与 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算特征峰 1、峰 2、峰 3、峰 4 的相对保留时间；与大黄素参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算特征峰 6 的相对保留时间；其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内。规定值为：0.22（峰 1）、1.37（峰 3）、1.46（峰 4）、1.04（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2 (S1): 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 5 (S2): 大黄素

色谱柱: BEH Shield RP18, 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】 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，用乙醇作溶剂，不得少于 25.0%。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7μm）；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；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 35℃；检测波长为 254nm。理论塔板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	5→15	95→85
2~6	15→20	85→80
6~9	20→30	80→70
9~15	30→95	70→5

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 10μg 的溶液，分别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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出放冷，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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2μl，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 0.32mg~5.00mg。

二苯乙烯苷 照高效液相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。避光操作。

色谱条件与系统适用性试验 除检测波长为 320nm 外, 其余同[特征图谱]项。理论塔板数按二苯乙烯苷峰计算应不低于 10000。

对照品溶液的制备 另取 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量, 精密称定, 加稀乙醇制成每 1ml 含 200 μ g 的溶液。

供试品溶液的制备 取 (含量测定) 大黄素项下的供试品溶液, 即得。

测定法 分别精密吸取 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷 ($C_{20}H_{22}O_9$) 应为 15.0mg~80.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。