

何首乌配方颗粒

Heshouwu Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb.的干燥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】 取何首乌饮片 6700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~15%），干燥，加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色颗粒；气微，味微甘而苦涩。

【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。另取何首乌对照药材 0.5g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 50ml，同法制备对照药材溶液。再取大黄素对照品、大黄素甲醚对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 80 μ g 的混合溶液；2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，分别将上述两种溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0502）试验，吸取对照品溶液 1 μ l、对照药材溶液及供试品溶液各 4~8 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，展至约 3.5cm，取出，晾干，再以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-甲酸（15:5:0.5）为展开剂，展至约 7cm，取出，晾干，在紫外光（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，显三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 2015 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 μ m）；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 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 10000。

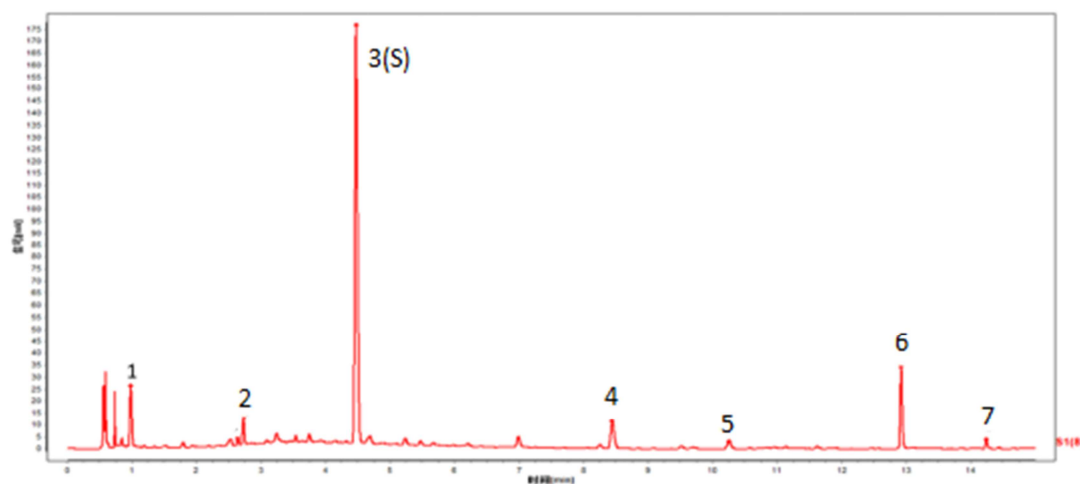
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	5→15	95→85
2~6	15→25	85→75
6~9	25→30	75→70

参照物溶液的制备 取何首乌对照药材 0.2g, 置锥形瓶中, 加 70% 甲醇 25ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 20 分钟, 取出, 放冷, 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) 二苯乙烯苷项下对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同 (含量测定) 二苯乙烯苷项。

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

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应, 与二苯乙烯苷参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 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)、0.61 (峰 2)、1.00 (峰 3 S)、1.89 (峰 4)、2.29 (峰 5)、2.89 (峰 6)、3.18 (峰 7)。



对照特征图谱

峰 1: 没食子酸 峰 3: 二苯乙烯苷 (S) 峰 6: 大黄素 峰 7: 大黄素甲醚

色谱柱 BEH C18, 2.1mm \times 100mm, 1.7 μ m

【检查】 重金属及有害元素 取本品, 照铅、镉、砷、汞、铜测定法 (中国药典 2015 年版 通则 2321) 测定。本品含铅不得过 5mg/kg; 含镉不得过 0.3mg/kg; 含砷不得过 2mg/kg; 含汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 20mg/kg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (中国药典 2015 年版 通则 0104)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 22.0%。

【含量测定】 二苯乙烯苷 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 320nm，其他同〔特征图谱〕项。

对照品溶液的制备 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 0.2mg 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）20 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，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 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷（C₂₀H₂₂O₉）应为 30.9mg~100.0mg。

结合蒽醌 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同〔特征图谱〕项。

对照品溶液的制备 分别取大黄素对照品、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含大黄素 40μg、含大黄素甲醚 10μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 同〔特征图谱〕二苯乙烯苷项，取续滤液作为供试品溶液 A（测游离蒽醌用）。另精密量取续滤液 10ml，置具塞锥形瓶中，水浴蒸干，精密加 8%盐酸溶液 20ml，超声处理（功率 100W，频率 40kHz）5 分钟，加三氯甲烷 20ml，水浴中加热回流 1 小时，取出，立即冷却，置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，洗液并入分液漏斗中，分取三氯甲烷液，酸液再用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 15ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液 B（测总蒽醌用）。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与上述两种供试品溶液各 1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

结合蒽醌含量=总蒽醌含量-游离蒽醌含量

本品每 1g 含结合蒽醌以大黄素 ($C_{15}H_{10}O_5$) 和大黄素甲醚 ($C_{16}H_{12}O_5$) 的总量计应为 0.25mg~3.37mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7g。

【贮藏】 密封。

饮片标准