制何首乌配方颗粒

Zhiheshouwu 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】 取制何首乌饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18%-25%），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。另取制何首乌对照药材 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 80μg 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 1μl、对照药材溶液及供试品溶液各 4~8μl，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℃）-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 1.7μm）；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

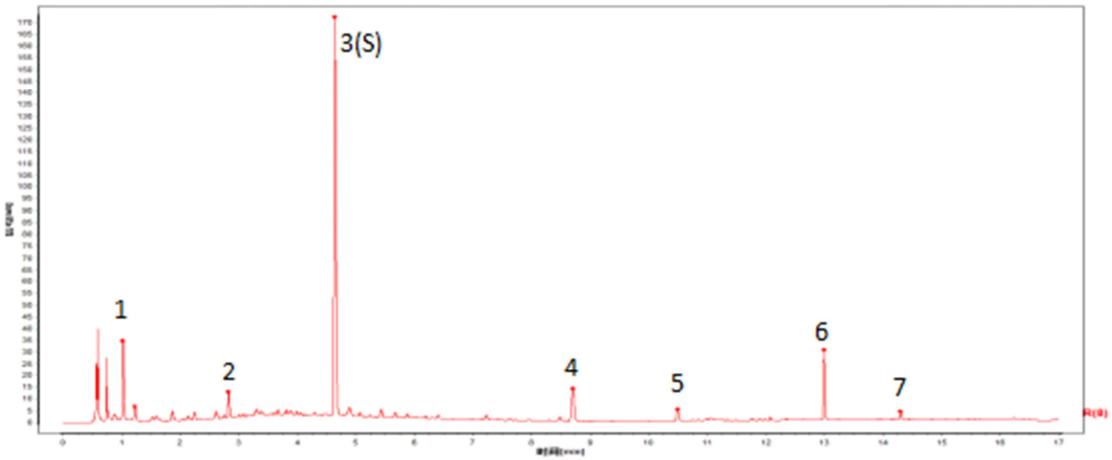
9～15	30→95	70→5

参照物溶液的制备 取制何首乌对照药材 1.0g，置锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 60 分钟，取出，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 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 1μl，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±10%范围之内。规定值为 0.22（峰 1）、0.61（峰 2）、1.00（峰 3 S）、1.87（峰 4）、2.26（峰 5）、2.80（峰 6）、3.08（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×100mm，1.7μm

【检查】 重金属及有害元素 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 20.0%。

【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，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 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 15.4mg～55.5mg。

大黄素 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 取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大黄素 5μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕二苯乙烯苷项。

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 0.27mg～1.13mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g。

【贮藏】 密封。