

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021057

何首乌配方颗粒

Heshouwu Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥块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%-14.8%），干燥，加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色颗粒；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 2020 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，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 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 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
9~15	30→95	70→5

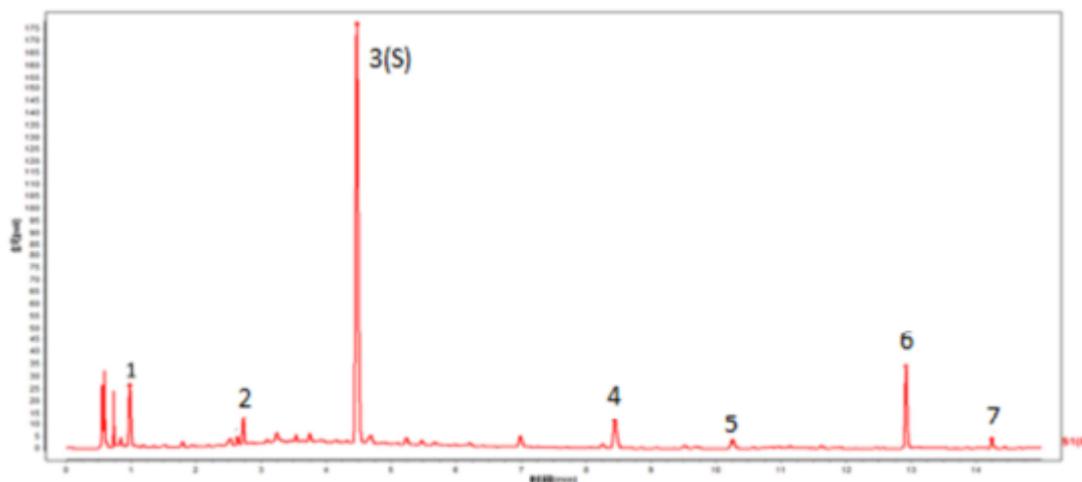
参照物溶液的制备 取何首乌对照药材 0.2g，置锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照

药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷对照品、大黄素对照品适量, 精密称定, 加 70% 甲醇分别制成每 1ml 含没食子酸 20μg、2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷 200μg、大黄素 40μg 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〕二苯乙烯苷项下。

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, 并与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应, 峰 1 与没食子酸参照物峰相对应, 与二苯乙烯苷参照物峰相应的峰为 S₁ 峰, 计算峰 2 与 S₁ 峰的相对保留时间, 峰 2 的相对保留时间应在规定值的 ±10% 范围之内, 规定值为: 0.61 (峰 2); 与大黄素参照物峰相应的峰为 S₂ 峰, 计算峰 4、5、7 与 S₂ 峰的相对保留时间, 各特征峰相对保留时间应在规定值的 ±10% 范围之内, 规定值为: 0.67 (峰 4)、0.81 (峰 5)、1.10 (峰 7)。



对照特征图谱

峰 1: 没食子酸; 峰 3: 二苯乙烯苷 (S₁); 峰 6: 大黄素 (S₂); 峰 7: 大黄素甲醚

色谱柱: BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法 (中国药典 2020 年版通则 0104), 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟 (必要时加热煮沸 5 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑或异物。

其他 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 22.0%。

【含量测定】 二苯乙烯苷 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 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 320nm。理论板

数按 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷峰计算应不低于 20000。

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

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 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

对照品溶液的制备 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〔含量测定〕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。