

【一】品种说明

【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 6700 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为黄色至黄棕色颗粒；气微，味微甘而苦涩。

【二】特征图谱

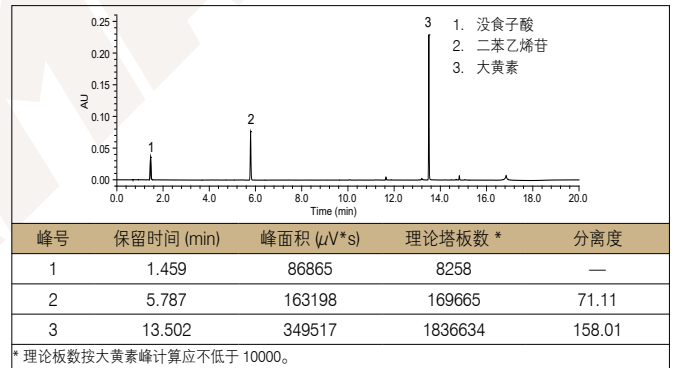
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取何首乌对照药材 0.2 g，置锥形瓶中，加 70% 甲醇 25 mL，超声处理 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 1 mL 含没食子酸 20 μg、2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷 200 μg、大黄素 40 μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 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。

2、分析条件

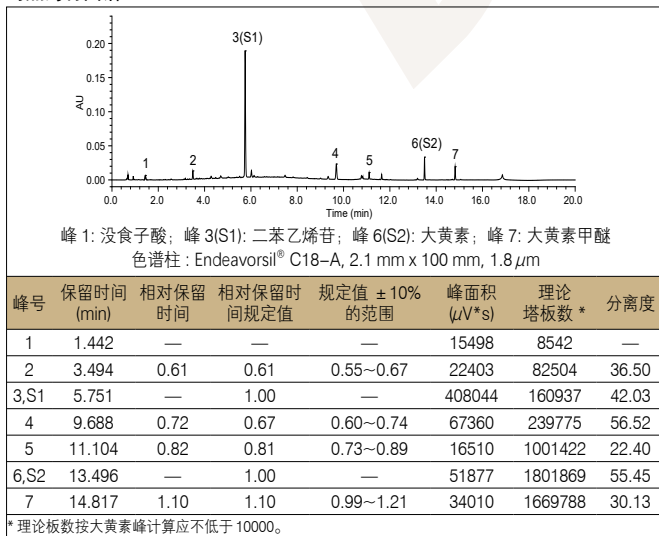
色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	5 → 15	95 → 85
	2~6	15 → 25	85 → 75
	6~9	25 → 30	75 → 70
	9~15	30 → 95	70 → 5
流速	0.4 mL/min		
进样量	1 μL		
柱温	40 °C		
检测波长	254 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

对照品图谱

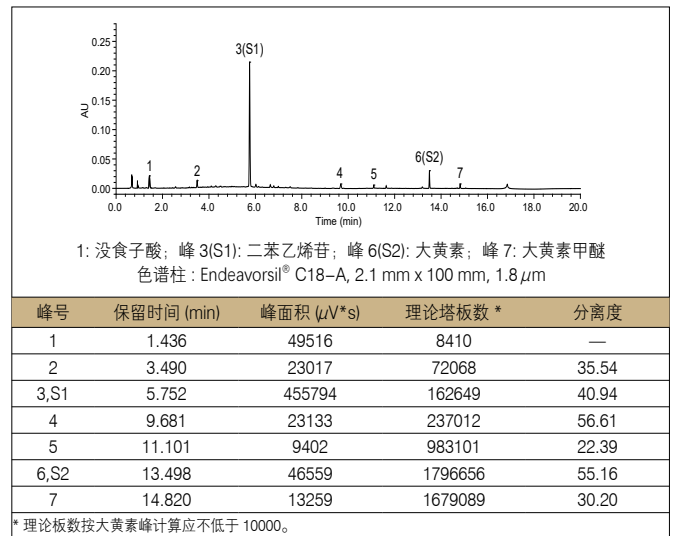


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113) 检测何首乌配方颗粒的特征峰，供试品色谱中呈现 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，其中 3 个峰分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应；计算峰 2 与 S1 峰（二苯乙烯苷峰）的相对保留时间为 0.61（峰 2），在规定值的 ±10% 范围之内；计算峰 4、峰 5、峰 7 与 S2 峰（大黄素峰）的相对保留时间分别为 0.72（峰 4）、0.82（峰 5）、1.10（峰 7），在规定值的 ±10% 范围之内，符合方法要求。

【三】含量测定

二苯乙烯苷

1、样品制备

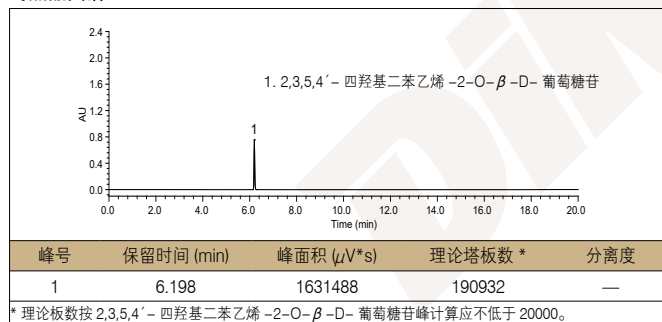
制备方法	对照品溶液 取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液,即得。
	供试品溶液 取本品适量,研细,取约 0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70% 甲醇 25 mL, 密塞,称定重量,超声处理 20 分钟,放冷,再称定重量,用 70% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,即得。

2、分析条件

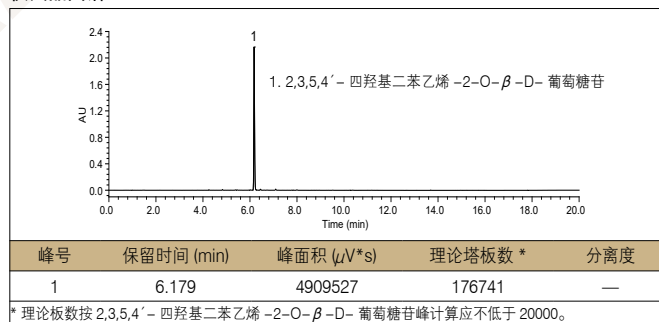
色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	5 → 15	95 → 85
	2~6	15 → 25	85 → 75
	6~9	25 → 30	75 → 70
	9~15	30 → 95	70 → 5
流速	0.4 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	320 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每 1 g 含 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷 ($C_{20}H_{22}O_9$) 为 75.2 mg, 在方法规定的范围内 (30.9 mg~100.0 mg)。