

【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】取制何首乌饮片 4000 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为黄色至棕黄色颗粒；气微，味微甘而苦涩。

【二】特征图谱

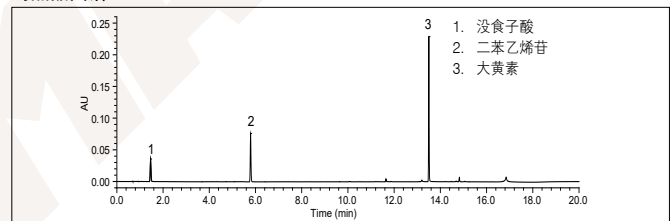
1、样品制备

制备方法 **参照物溶液** 取制何首乌对照药材 1.0 g，置锥形瓶中，加水 25 mL，加热回流 60 分钟，取出，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 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

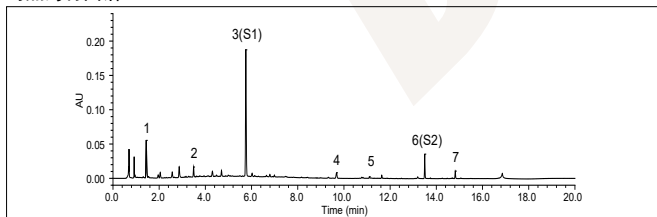


峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	1.459	86865	8258	—
2	5.787	163198	169665	71.11
3	13.502	349517	1836634	158.01

* 理论板数按大黄素峰计算应不低于 10000。

3、实验图谱

对照药材图谱

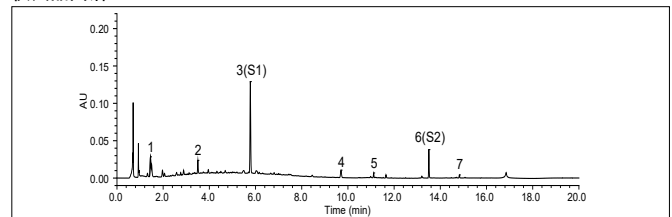


峰 1: 没食子酸; 峰 3(S1): 二苯乙烯苷; 峰 6(S2): 大黄素; 峰 7: 大黄素甲醚
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	1.441	—	—	—	122434	9403	—
2	3.490	0.61	0.61	0.55–0.67	27333	82712	37.46
3	5.753	—	1.00	—	395578	164308	42.25
4	9.679	0.72	0.67	0.60–0.74	24067	232990	56.36
5	11.100	0.82	0.81	0.73–0.89	2954	1117580	22.91
6	13.498	—	1.00	—	55170	1800819	57.45
7	14.820	1.10	1.10	0.99–1.21	18935	1691976	30.18

* 理论板数按大黄素峰计算应不低于 10000。

供试品图谱



峰 1: 没食子酸; 峰 3(S1): 二苯乙烯苷; 峰 6(S2): 大黄素; 峰 7: 大黄素甲醚
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	1.451	38287	12412	—
2	3.503	30934	91849	41.58
3	5.774	259802	168201	43.58
4	9.700	29887	238010	56.95
5	11.114	10416	1032424	22.64
6	13.504	59050	1806746	56.19
7	14.825	6505	1776752	30.75

* 理论板数按大黄素峰计算应不低于 10000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113) 检测制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）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

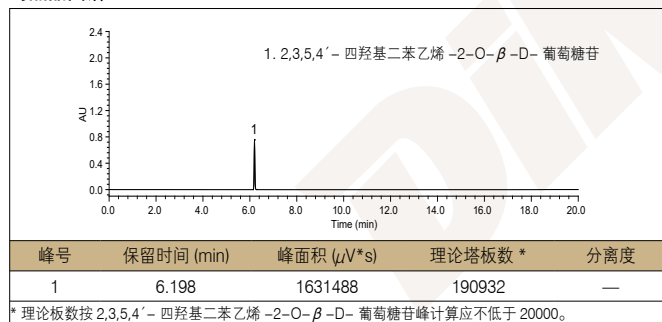
制备方法	对照品溶液 取 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液,即得。
	供试品溶液 取本品适量,研细,取约 0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70% 甲醇 25 mL,密塞,称定重量,超声处理 20 分钟,放冷,再称定重量,用 70% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,即得。

2、分析条件

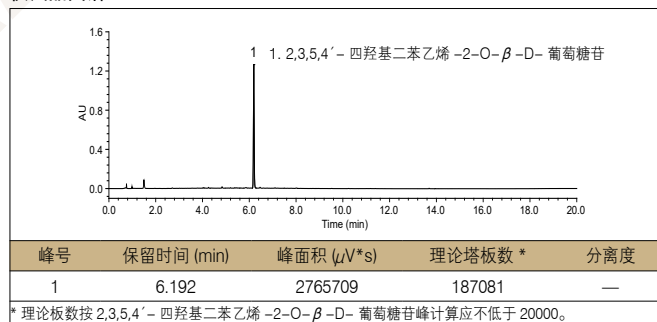
色谱柱	Endeavorsil [®] C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	5 → 15	95 → 85
	2~6	15 → 25	85 → 75
	6~9	25 → 30	75 → 70
	9~15	30 → 95	70 → 5
流速	0.4 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	320 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

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 42.4 mg, 在方法规定的范围内 (15.4 mg~55.5 mg)。