

【一】品种说明

【来源】本品为茜草科植物钩藤 *Uncaria rhynchophylla*(Miq.)Miq. ex Havil. 的干燥带钩茎枝经加工并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取钩藤饮片 8000 g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 6.5%~9.5%), 加辅料适量, 干燥 (或干燥, 粉碎), 再加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000 g, 即得。

【性状】本品为黄棕色至红棕色的颗粒; 气微, 味微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

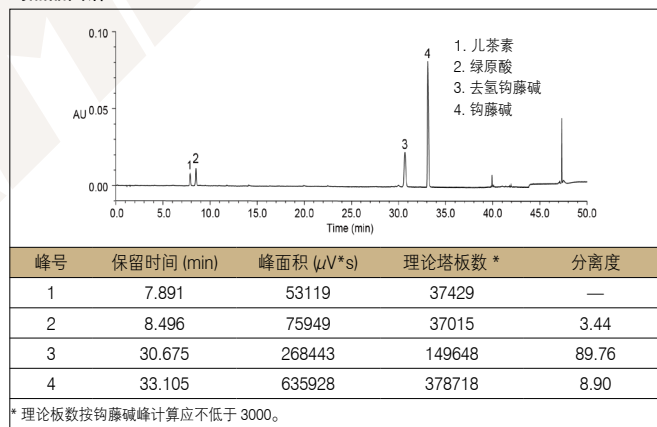
制备方法	参照物溶液 取钩藤 (钩藤) 对照药材 0.5 g, 加 70% 甲醇 20 mL, 超声处理 20 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品、绿原酸对照品、去氢钩藤碱对照品、钩藤碱对照品适量, 精密称定, 分别加甲醇制成每 1 mL 含儿茶素 40 μg、绿原酸 50 μg、去氢钩藤碱 40 μg、钩藤碱 0.1 mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 150 mm, 1.8 μm (Cat# 87114)	
流动相	A: 乙腈	B: 0.3% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%
	0~1	4 → 7
	1~7	7 → 9
	7~11	9 → 13
	11~19	13
	19~23	13 → 18
	23~28	18
	28~32	18 → 25
	32~37	25 → 30
流速	0.3 mL/min	
	进样量	1 μL
	柱温	40 °C
	检测波长	245 nm
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC	

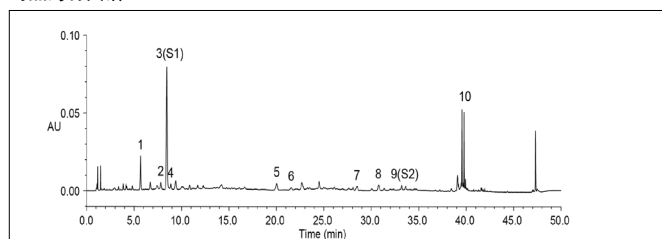
3、实验图谱

对照品图谱



3、实验图谱

对照药材图谱

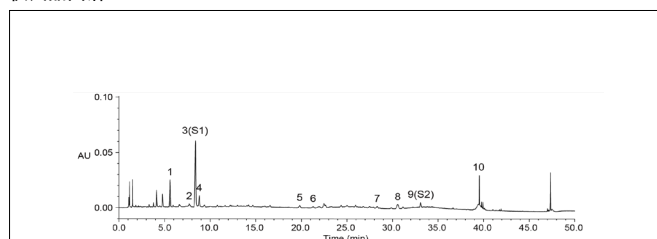


峰 2: 儿茶素; 峰 3(S1): 绿原酸; 峰 4: 隐绿原酸; 峰 7: 异绿原酸 B
峰 8: 去氢钩藤碱; 峰 9(S2): 钩藤碱; 峰 10: 喜果苷
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 150 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	5.688	97406	39777	—
2	7.827	35652	22226	12.98
3(S1)	8.453	484973	44493	3.34
4	8.879	18164	44955	2.69
5	20.036	46539	64653	48.39
6	21.570	14353	98569	4.81
7	28.515	30675	100918	22.85
8	30.789	36211	177622	7.48
9(S2)	33.206	17246	603122	9.71
10	39.553	104083	8012446	56.74

* 理论板数按钩藤碱峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



峰 2: 儿茶素; 峰 3(S1): 绿原酸; 峰 4: 隐绿原酸; 峰 7: 异绿原酸 B
峰 8: 去氢钩藤碱; 峰 9(S2): 钩藤碱; 峰 10: 喜果苷
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 150 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)	相对峰面积	相对峰面积规定值	理论塔板数 *	分离度
1	5.599	0.67	0.65	0.59~0.72	104466	—	—	39355	—
2	7.697	—	—	—	23207	—	—	16890	6.51
3(S1)	8.382	—	1.00	—	365772	—	—	43823	1.97
4	8.815	1.05	1.13	1.02~1.24	57513	—	—	45779	2.66
5	19.839	0.60	0.66	0.59~0.73	22104	0.71	≥0.45	70547	48.81
6	21.307	0.64	0.70	0.63~0.77	16286	0.53	≥0.80	48557	4.54
7	28.337	0.86	0.81	0.73~0.89	15809	—	—	224921	22.32
8	30.580	—	—	—	50602	1.64	≥0.25	118818	7.12
9(S2)	33.096	—	1.00	—	30927	—	1.00	527582	9.37
10	39.529	1.19	1.22	1.10~1.34	40371	1.31	≥0.60	15259430	58.08

* 理论板数按钩藤碱峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm × 150 mm, 1.8 μm (Cat# 87114) 检测钩藤 (钩藤) 配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 10 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应; 其中峰 2、峰 3、峰 8、峰 9 的保留时间与儿茶素对照品、绿原酸对照品、去氢钩藤碱对照品、钩藤碱对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与绿原酸 (峰 3) 参照物相应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 4 与 S1 峰的相对保留时间分别为 0.67 (峰 1)、1.05 (峰 4), 在规定值的 ±10% 之内; 与钩藤碱 (峰 9) 参照物相应的峰为 S2 峰, 计算峰 5~峰 7、峰 10 与 S2 峰的相对保留时间分别为 0.60 (峰 5)、0.64 (峰 6)、0.86 (峰 7)、1.19 (峰 10), 在规定值的 ±10% 之内, 符合方法要求。计算峰 5、峰 8、峰 10 与 S2 峰的相对峰面积分别为 0.71 (峰 5)、1.64 (峰 8)、1.31 (峰 10), 在规定值范围内; 计算峰 6 与 S2 峰的相对峰面积为 0.53 (峰 6), 未在规定值范围内。

【三】含量测定

1、样品制备

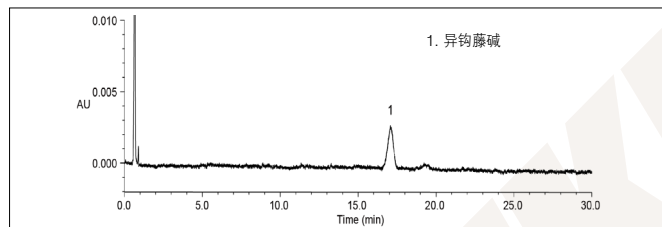
制备方法	对照品溶液	取异钩藤碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 15 μ g 的溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25 mL，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Leapsil [®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 2.7 μ m (Cat# 86005)
流动相	乙腈 : 0.015 mol/L 磷酸氢二钾溶液 (用 2% 的磷酸调节 pH 值为 7.5-7.6) = 35 : 65
流速	0.3 mL/min
进样量	1 μ L
柱温	25 $^{\circ}$ C
检测波长	246 nm
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC

3、实验图谱

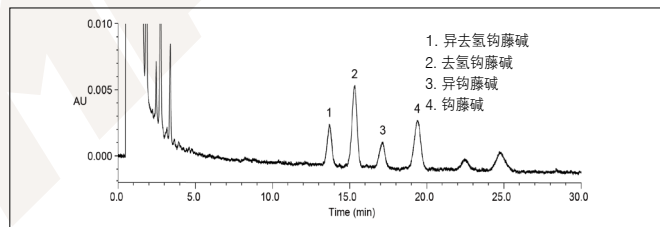
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	17.078	74082	9736	0.91	—

* 理论板数按异钩藤碱峰计算应不低于 5000。

供试品图谱



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 \pm 5% 的范围	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度	校正因子
1	13.684	0.80	0.79	0.75~0.83	64406	12079	—	1.02
2	15.335	0.89	0.91	0.86~0.96	144723	9779	2.67	1.01
3	17.161	—	1.00	—	48771	9683	2.70	1.00
4	19.384	1.13	1.18	1.12~1.24	110385	9527	3.00	1.06

* 理论板数按异钩藤碱峰计算应不低于 5000。

4、实验结果

使用色谱柱 Leapsil[®] C18, 2.1 mm \times 100 mm, 2.7 μ m (Cat# 86005) 检测钩藤 (钩藤) 配方颗粒，以异钩藤碱对照品为参照，以其相应的峰为 S 峰，计算异去氢钩藤碱、去氢钩藤碱、钩藤碱的相对保留时间分别为 0.80、0.89、1.13，均在规定值 \pm 5% 范围内，符合方法要求。

经测定本品每 1 g 含去氢钩藤碱 ($C_{22}H_{26}N_2O_4$)、异去氢钩藤碱 ($C_{22}H_{26}N_2O_4$)、钩藤碱 ($C_{22}H_{28}N_2O_4$) 和异钩藤碱 ($C_{22}H_{28}N_2O_4$) 的总量为 3.8 mg，在方法规定的范围内 (1.0 mg~4.5 mg)。