

## 【一】品种说明

【来源】本品为百合科植物卷丹 *Lilium lancifolium* Thunb. 的干燥肉质鳞叶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】取百合饮片 5000 g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 12%~20%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000 g, 即得。

【性状】本品为类白色至浅黄棕色的颗粒; 气微, 味微苦。

## 【二】特征图谱

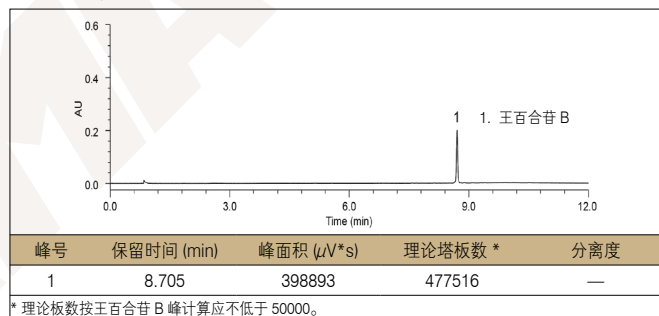
## 1、样品制备

制备方法	参照物溶液	取百合对照药材 2 g, 加稀乙醇 25 mL, 超声处理 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。
	取王百合苷 B 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 120 $\mu$ g 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, 置具赛锥形瓶中, 精密加 50% 甲醇 20 mL, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

## 2、分析条件

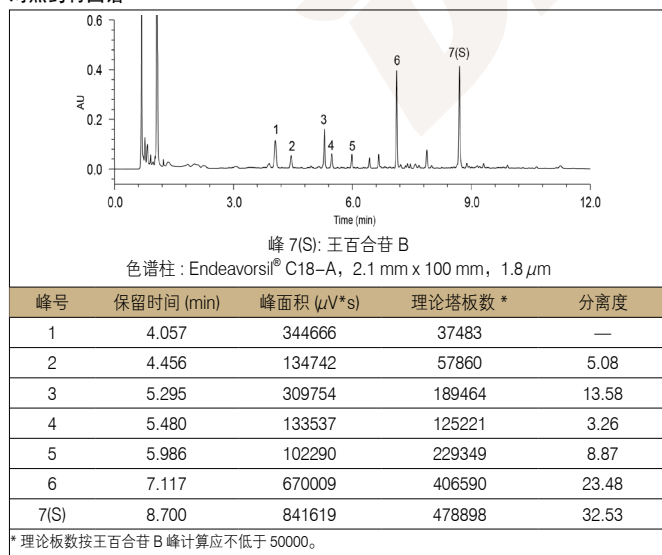
色谱柱	Endeavorsil <sup>®</sup> C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 $\mu$ m (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.2% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~4	1 → 15	99 → 85
	4~8	15 → 28	85 → 72
	8~12	28	72
	12~12.01	28 → 1	72 → 99
	12.01~20	1	99
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 $\mu$ L		
柱温	30 $^{\circ}$ C		
检测波长	205 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

## 对照品图谱

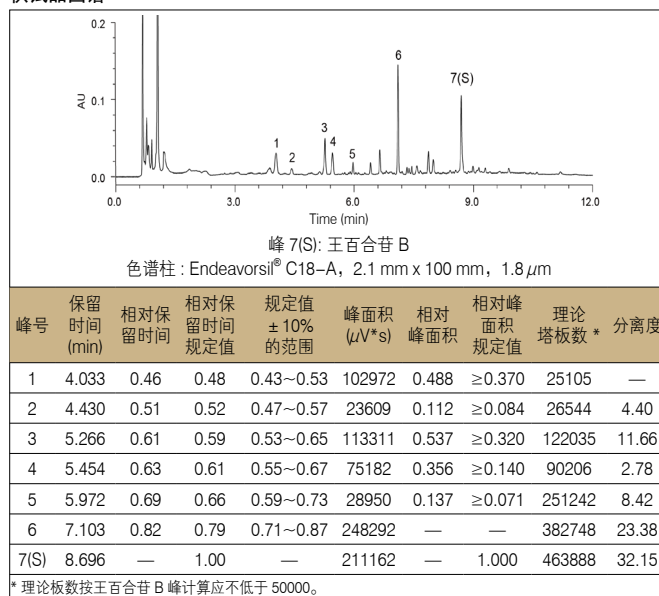


## 3、实验图谱

## 对照药材图谱



## 供试品图谱



## 4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil<sup>®</sup> C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8  $\mu$ m (Cat# 87113) 检测百合(卷丹)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; 与王百合苷 B 参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间分别为 0.46(峰 1)、0.51(峰 2)、0.61(峰 3)、0.63(峰 4)、0.69(峰 5)、0.82(峰 6); 计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 4、峰 5 与 S 峰的相对峰面积分别为 0.488(峰 1)符合规定值  $\geq$ 0.370、0.112(峰 2)符合规定值  $\geq$ 0.084、0.537(峰 3)符合规定值  $\geq$ 0.320、0.356(峰 4)符合规定值  $\geq$ 0.140、0.137(峰 5)符合规定值  $\geq$ 0.071, 以上符合方法要求。

## 【三】含量测定

## 1、样品制备

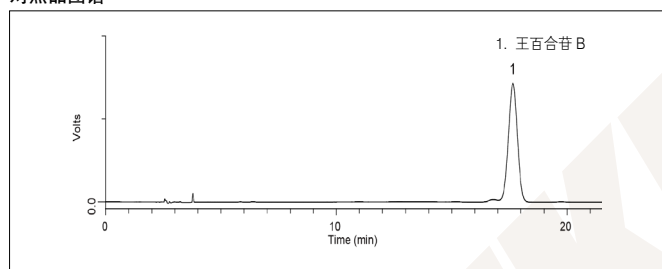
**制备方法** **对照品溶液** 取王百合苷 B 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 120  $\mu\text{g}$  的溶液,即得。  
**供试品溶液** 取本品适量,研细,取约 0.2 g,精密称定,精密加入 80% 乙醇 25 mL,称定重量,超声处理 30 分钟,放冷,再称定重量,用 80% 乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

## 2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 $\mu\text{m}$ (Cat# 99903)
流动相	乙腈 : 0.1% 磷酸 = 19 : 81
流速	1 mL/min
进样量	10 $\mu\text{L}$
柱温	25 $^{\circ}\text{C}$
检测波长	312 nm
仪器	岛津 LC-2040C

## 3、实验图谱

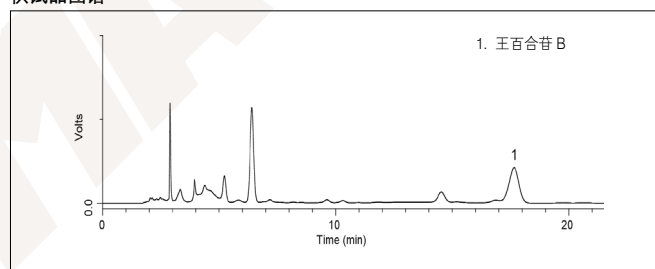
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	理论塔板数 *	分离度
1	17.651	3807636	9699	—

\* 理论板数按王百合苷 B 计算应不低于 6000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	理论塔板数 *	分离度
1	17.681	1131227	8698	—

\* 理论板数按王百合苷 B 计算应不低于 6000。

## 4、实验结果

经测定本品每 1 g 含王百合苷 B ( $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{O}_{11}$ ) 的量为 4.5 mg, 在方法规定的范围内 (3.0 mg~8.5 mg)。