

【一】品种说明

【来源】本品为百合科植物光叶菝葜 *Smilax glabra* Roxb. 的干燥根茎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】取土茯苓饮片 4000 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~24%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000 g，即得。

【性状】本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微甘、涩。

【二】特征图谱

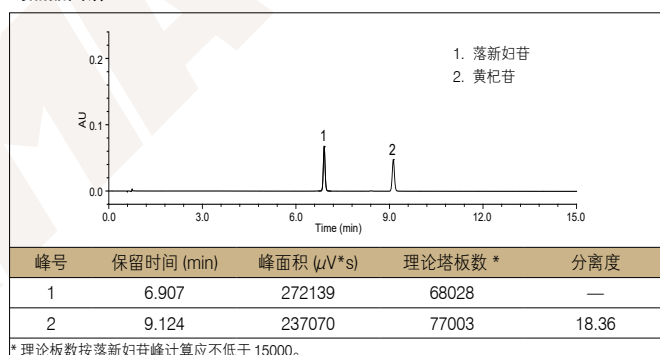
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取土茯苓对照药材 0.8 g，置具塞锥形瓶中，加 60% 甲醇 100 mL，加热回流 60 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。另取落新妇苷对照品、黄杞苷对照品适量，精密称定，加 60% 甲醇制成每 1 mL 各含 50 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 0.1 g，置具塞锥形瓶中，加 70% 乙醇 100 mL，超声处理 40 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

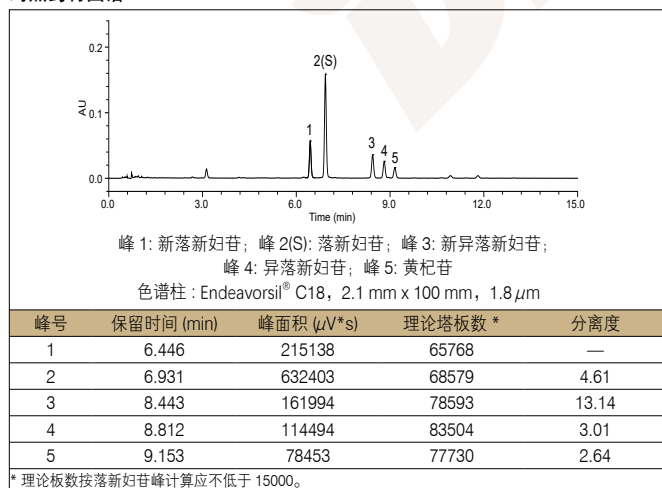
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.2% 醋酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	13	87
	2~5	13 → 17	87 → 83
	5~14	17 → 23	83 → 77
流速	0.4 mL/min		
进样量	1 μL		
柱温	30 °C		
检测波长	291 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

对照品图谱

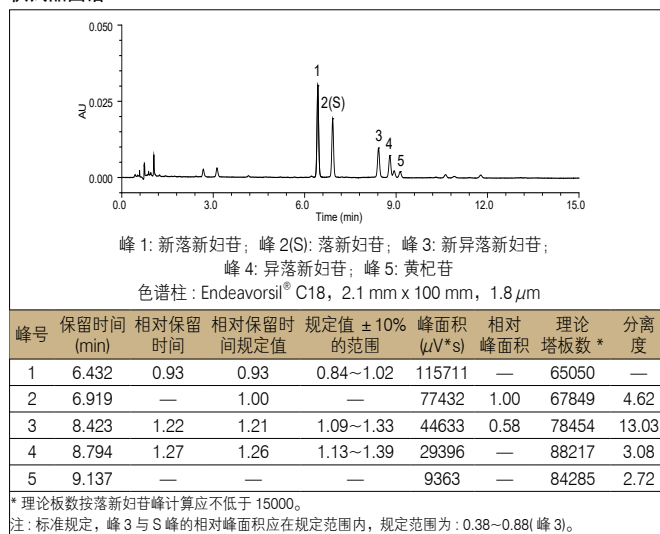


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003) 检测土茯苓配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 5 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应; 计算峰 1、峰 3、峰 4 与 S 峰(落新妇苷峰)的相对保留时间分别为 0.93(峰 1)、1.22(峰 3)、1.27(峰 4), 在规定值的 ± 10% 范围之内; 计算峰 3 与 S 峰(落新妇苷峰)的相对峰面积为 0.58(峰 3), 在规定范围内 (0.38~0.88), 符合方法要求。

5、补充数据

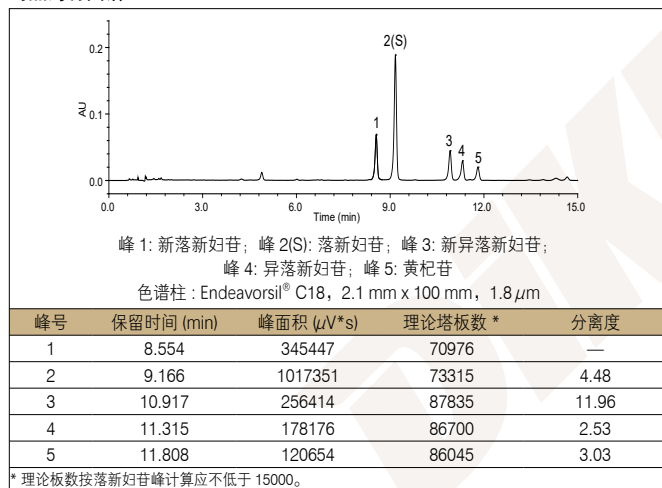
以上采用流速 0.4 mL/min 分析土茯苓配方颗粒供试品时，峰 4 与右侧一杂质分离度不佳，调整流速为 0.25 mL/min 进行分析时，其可达到基线分离，故补充采集一系列数据如下：

分析条件

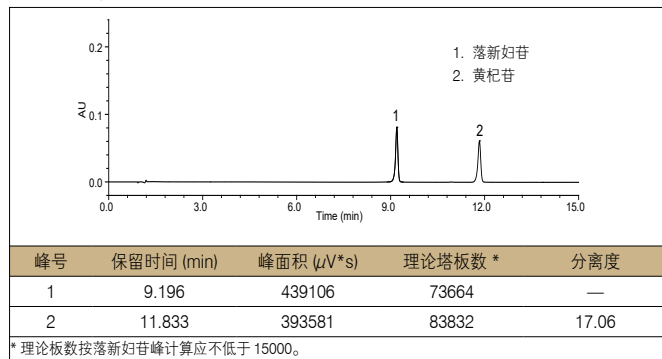
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.2% 醋酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	13	87
	2~5	13→17	87→83
	5~14	17→23	83→77
流速	0.25 mL/min		
进样量	1 μL		
柱温	30 °C		
检测波长	291 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

实验图谱

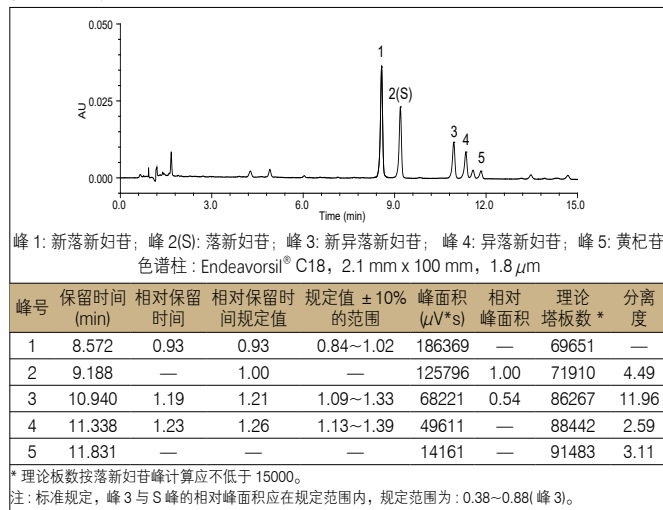
对照药材图谱



对照品图谱



供试品图谱



【三】含量测定

1、样品制备

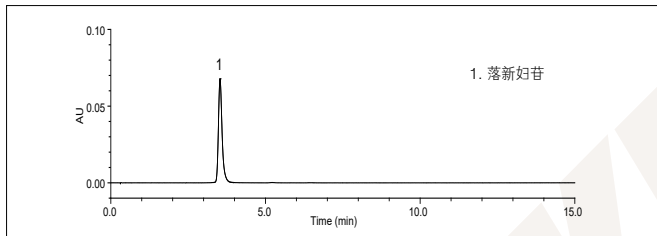
制备方法	对照品溶液 取落新妇苷对照品适量，精密称定，加 60% 甲醇制成每 1 mL 含 50 μg 的溶液，即得。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 60% 甲醇 100 mL，称定重量，超声处理 40 分钟，放冷，再称定重量，用 60% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 50 mm, 1.8 μm (Cat# 87002)
流动相	甲醇 : 0.1% 冰醋酸溶液 = 30 : 70
流速	0.4 mL/min
进样量	2 μL
柱温	30 $^{\circ}\text{C}$
检测波长	291 nm
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC

3、实验图谱

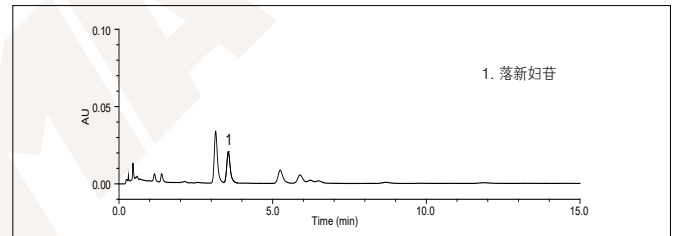
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	理论塔板数 *	分离度
1	3.531	557299	4639	—

* 理论板数按落新妇苷峰计算应不低于 3000。

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	3.557	157631	4875	—

* 理论板数按落新妇苷峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含落新妇苷 ($\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$) 为 14.1 mg，在方法规定的范围内 (10.5 mg~38.0 mg)。