

## 蜜百合（卷丹）配方颗粒

### Mibaihe (Juandan) Peifangkeli

**【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】** 取蜜百合饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~25%），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 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅棕色至棕色的颗粒，气微，味微苦。

**【鉴别】** 取本品 2g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取百合对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60 $^{\circ}$ C~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 $\mu$ m），以乙腈为流动相 A，以 0.2% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 205nm。理论板数按王百合苷 B 峰计算应不低于 50000。

| 时间（分钟）   | 流动相 A（%）            | 流动相 B（%）            |
|----------|---------------------|---------------------|
| 0~4      | 1 $\rightarrow$ 15  | 99 $\rightarrow$ 85 |
| 4~8      | 15 $\rightarrow$ 28 | 85 $\rightarrow$ 72 |
| 8~12     | 28                  | 72                  |
| 12~12.01 | 28 $\rightarrow$ 1  | 72 $\rightarrow$ 99 |
| 12.01~20 | 1                   | 99                  |

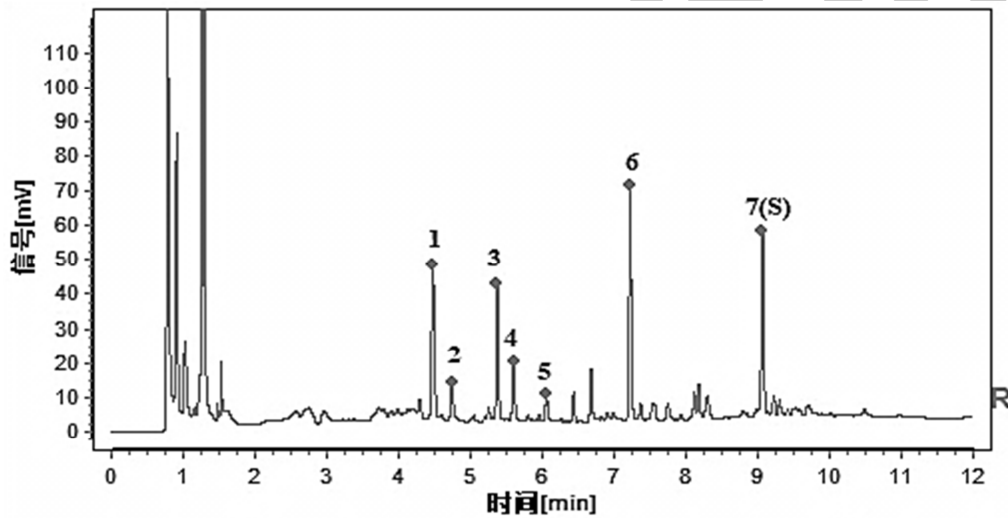
**参照物溶液的制备** 取百合对照药材 2g，加稀乙醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参

照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同〔含量测定〕项。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪。测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应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，其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10%范围之内，规定值为：0.49（峰 1）、0.53（峰 2）、0.61（峰 3）、0.63（峰 4）、0.68（峰 5）、0.80（峰 6）；计算各特征峰与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：不低于 0.34（峰 1）、不低于 0.09（峰 2）、不低于 0.309（峰 3），不低于 0.132（峰 4）、不低于 0.05（峰 5）。



对照特征图谱

峰 7 (S)：王百合苷 B

色谱柱 HSS T3 C18, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.8 $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版 通则 2321）测定。本品含铅不得过 5mg/kg；镉不得过 2mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版 通则 0104）。

**【浸出物】**取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版 通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 12.0%。

**【含量测定】**照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为250mm，内径为4.6mm，粒径为5 $\mu$ m）；以乙腈-0.1%磷酸溶液（19：81）为流动相，检测波长为312nm。理论板数按王百合苷B峰计算应不低于6000。

**对照品溶液的制备** 取王百合苷B对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含120 $\mu$ g的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，精密加入稀乙醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率45kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含王百合苷B（C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>O<sub>11</sub>）应为2.5mg~6.5mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片4g。

**【贮藏】** 密封。