

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021085

莱菔子配方颗粒

Laifuzi Peifangkeli

【来源】 本品为十字花科植物萝卜 *Raphanus sativus* L. 的干燥成熟种子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】 取莱菔子饮片 5000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率应为 11%~19%),加辅料适量,干燥(或干燥,粉碎),再加辅料适量,混匀,制粒,制成 1000g,即得。

【性状】 本品为浅黄色至黄棕色颗粒;气特异,味淡、微苦辛。

【鉴别】 取本品适量,研细,取 0.2g,加甲醇 30ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取莱菔子对照药材 1g,加水 50ml,加热煮沸 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 20ml,同法制成对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述三种溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水(10:2:3)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 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 μ m);以乙腈为流动相 A,以 0.1%磷酸溶液为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 225nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	2 \rightarrow 3	98 \rightarrow 97
10~17	3 \rightarrow 10	97 \rightarrow 90
17~20	10 \rightarrow 12	90 \rightarrow 88
20~45	12 \rightarrow 15	88 \rightarrow 85
45~70	15 \rightarrow 30	85 \rightarrow 70
70~75	30 \rightarrow 55	70 \rightarrow 45
75~77	55 \rightarrow 2	45 \rightarrow 98

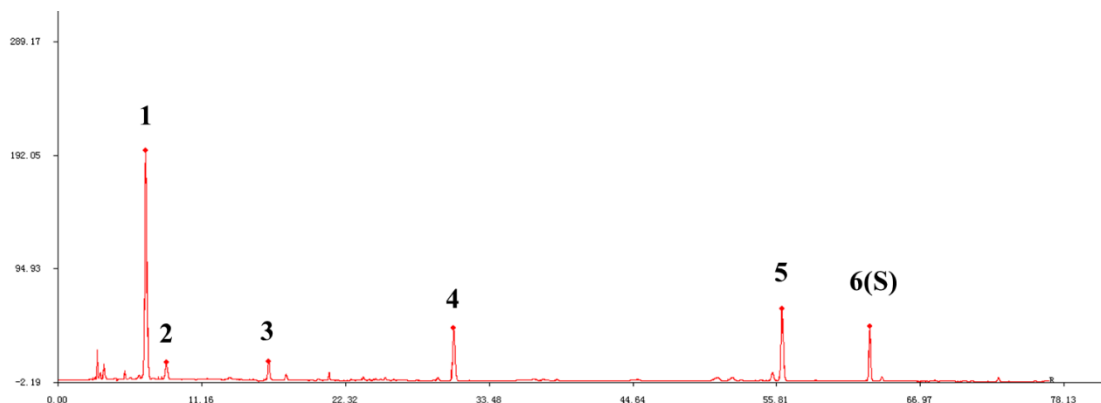
参照物溶液的制备 取莱菔子对照药材 1g,置锥形瓶中,加水 25ml,加热回流 30 分钟,取出,

放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6'-二芥子酰基蔗糖对照品适量，加甲醇制成每 1 ml 各含 40 μ g 的混合溶液，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4、峰 6 应分别与芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6'-二芥子酰基蔗糖对照品参照物峰保留时间相对应。以 3,6'-二芥子酰基蔗糖参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 5 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：0.89（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4：芥子碱硫氰酸盐 峰 6（S）：3,6'-二芥子酰基蔗糖

色谱柱：TC C18，4.6mm \times 250mm，5 μ m

【检查】 黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g，黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ g。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 28.0%。

【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 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~28	11	89
28~30	11 \rightarrow 45	89 \rightarrow 55
30~35	45	55
35~37	45 \rightarrow 11	55 \rightarrow 89

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1 ml 含 40 μ 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，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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，置棕色瓶中，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得
本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（ $C_{16}H_{24}NO \cdot SCN$ ）计应为 9.0mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。