

## 【一】品种说明

【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】取炒莱菔子饮片 5000 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率应为 11% ~ 20%），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】本品为黄白色至黄棕色颗粒；气特异，味淡、微苦辛。

## 【二】特征图谱

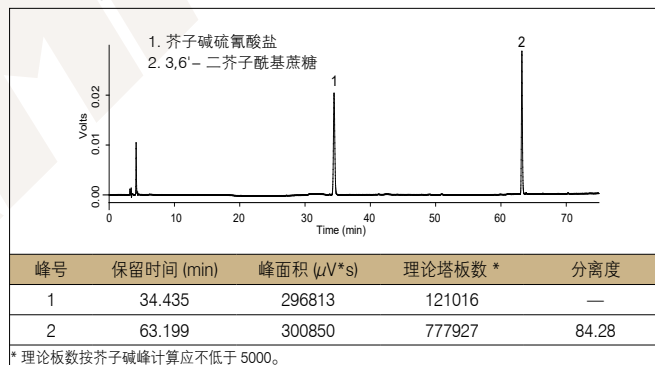
## 1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取莱菔子对照药材 1 g，置锥形瓶中，加水 25 mL，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 $\mu$ g 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 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50 mL，密塞，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，置棕色瓶中，即得。

## 2、分析条件

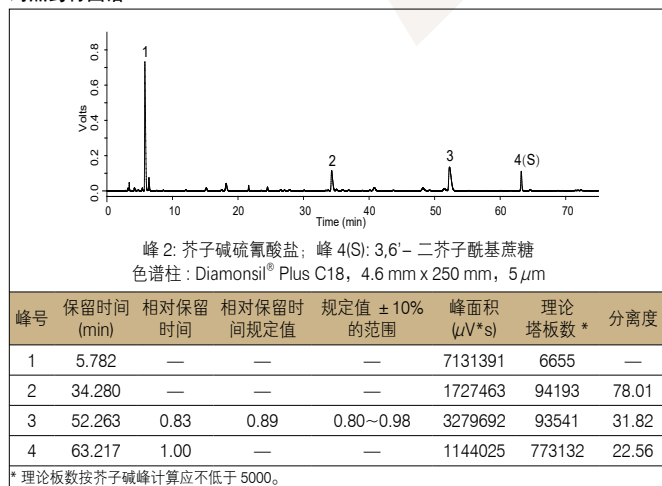
色谱柱	Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 $\mu$ m (Cat# 99403)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~10	2 → 3	98 → 97
	10~17	3 → 10	97 → 90
	17~20	10 → 12	90 → 88
	20~45	12 → 15	88 → 85
	45~70	15 → 30	85 → 70
	70~75	30 → 55	70 → 45
	75~77	55 → 2	45 → 98
流速	1 mL/min		
进样量	5 $\mu$ L		
柱温	15 $^{\circ}$ C		
检测波长	225 nm		
仪器	岛津 LC-20A		

对照品图谱

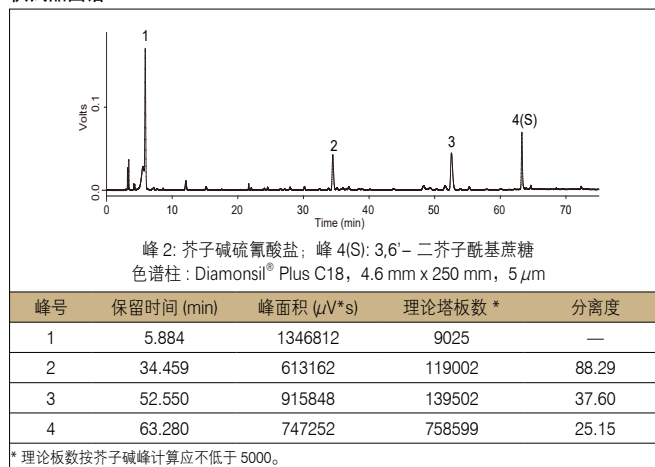


## 3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



## 4、实验结果

使用色谱柱 Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5  $\mu$ m (Cat# 99403) 检测炒莱菔子配方颗粒的特征峰，各特征峰的相对保留时间与对照药材参照物色谱中的特征峰保留时间相对应，其中峰 3 的相对保留时间为 0.83，在规定值  $\pm$  10% 范围，符合方法要求。

## 【三】含量测定

## 1、样品制备

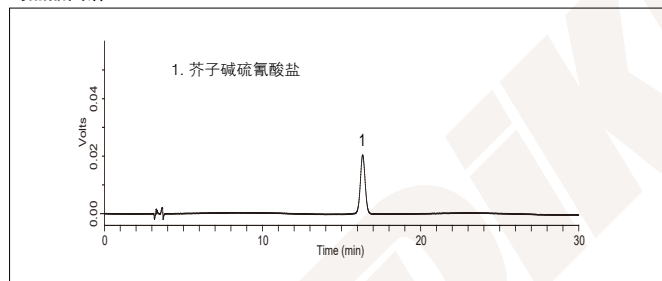
制备方法	对照品溶液	取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1 mL 含 40 $\mu\text{g}$ 的溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，置棕色瓶中，即得。

## 2、分析条件

色谱柱	Diamonsil <sup>®</sup> Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 $\mu\text{m}$ (Cat# 99403)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	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
流速	1 mL/min		
进样量	5 $\mu\text{L}$		
柱温	25 $^{\circ}\text{C}$		
检测波长	326 nm		
仪器	岛津 LC-20A		

## 3、实验图谱

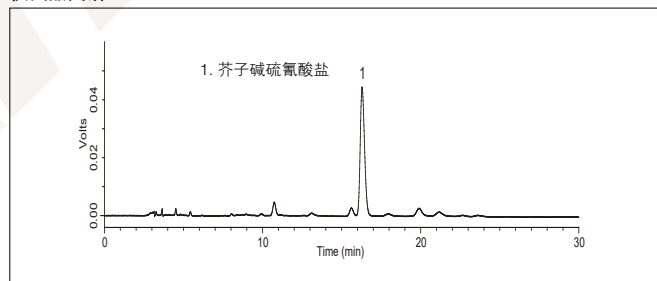
## 对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ( $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ )	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	16.325	428268	13609	1.05	—

\* 理论板数按芥子碱峰计算应不低于 5000。

## 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 *	USP 拖尾因子	分离度
1	16.285	829101	16545	1.25	—

\* 理论板数按芥子碱峰计算应不低于 5000。

## 4、实验结果

经测定供试品每 1 g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐 ( $\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{NO}\cdot\text{SCN}$ ) 计为 19.4 mg，在方法规定的范围内 (8.0 mg~20.0 mg)。