

漏芦配方颗粒

Loulu Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物祁州漏芦 *Rhaponticum uniflorum* (L.) DC.的干燥根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】 取漏芦饮片 8300g，加水煎煮，滤过，浓缩成浸膏（干浸膏出膏率 7%-12%），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】 本品为黄色至棕色的颗粒；气特异，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 0.5g，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取漏芦对照药材 1g，加水 20ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液 65℃减压蒸干，残渣加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再取β-蜕皮甾酮对照品适量，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，吸取上述对照品溶液和供试品溶液各 3μl、对照药材溶液 5μl，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-乙醇（1：8：1.5）为展开剂，预饱和 15 分钟，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱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。

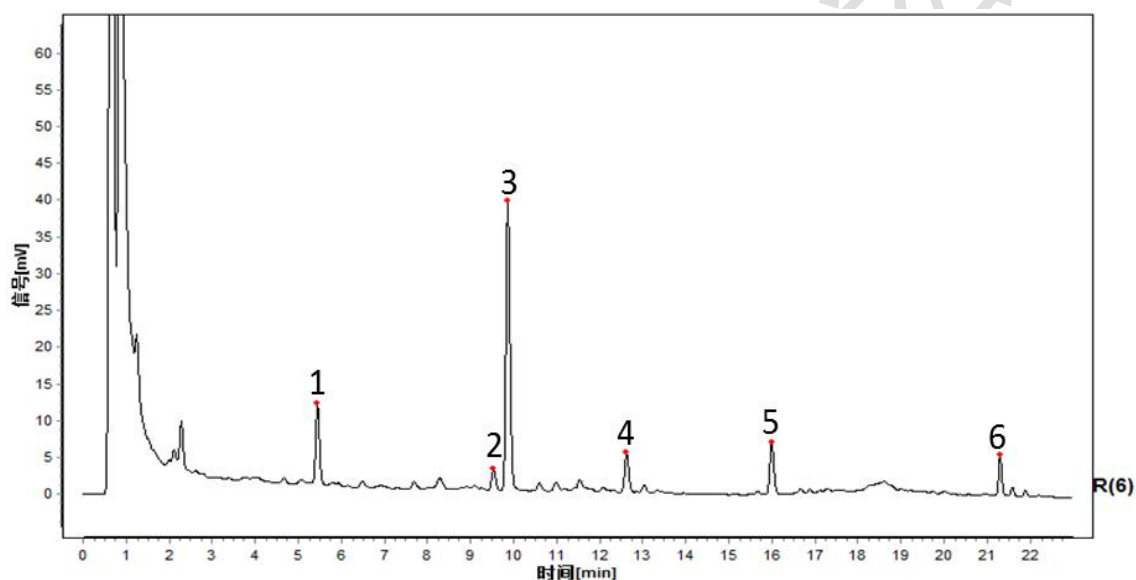
色谱条件与系统适用性试验 除检测波长为 220nm，其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取漏芦对照药材 2g，加水 30ml，加热回流 35 分钟，滤过，减压蒸干，残渣加 70%甲醇 15ml，超声处理（功率 250W，频率 100HZ）40 分钟，取出，放冷，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〕项下。

测定法 精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 1 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 3 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与 β -蜕皮甾酮对照品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：0.55（峰 1），0.97（峰 2），1.28（峰 4），1.62（峰 5），2.16（峰 6）



对照特征图谱

峰 3 (S): β -蜕皮甾酮

参考色谱柱: Waters CORTECS UPLC® C18, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.6 μ m

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年通则 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 14.0%。

【含量测定】 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 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.6 μ m); 以乙腈为流动相 A, 水为流动相 B, 按下表中规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 35℃; 检测波长为 247nm。理论塔板数按 β -蜕皮甾酮峰计应不低于 8000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~14	10→20	90→80
14~23	20→55	80→45
23~25	55→100	45→0

对照品溶液的制备 取 β -蜕皮甾酮对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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 50ml 的锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 15ml, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 100HZ) 40 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液与对照品溶液各 1 μ l 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含 β -蜕皮甾酮 ($C_{27}H_{44}O_7$) 应为 4.0mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8.3g

【注意】 孕妇慎用。

【贮藏】 密封。