

# 国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021033

## 大青叶配方颗粒

Daqingye Peifangkeli

**【来源】** 本品为十字花科植物菘蓝 *Isatis indigotica* Fort. 的干燥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】** 取大青叶饮片 2500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 20%~40%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

**【性状】** 本品为浅棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取 5g, 加三氯甲烷 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至约 1ml, 作为供试品溶液。另取靛蓝对照品、靛玉红对照品, 加三氯甲烷制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液, 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, 吸取供试品溶液 10 $\mu$ l、对照品溶液 8 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-三氯甲烷-丙酮(5:4:2) 为展开剂, 预饱和 30 分钟, 展开, 取出, 晾干。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(中国药典 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 $\mu$ m); 以甲醇为流动相 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; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 260nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	0 $\rightarrow$ 2	100 $\rightarrow$ 98
20~40	2 $\rightarrow$ 20	98 $\rightarrow$ 80
40~80	20 $\rightarrow$ 45	80 $\rightarrow$ 55
80~100	45 $\rightarrow$ 70	55 $\rightarrow$ 30

**参照物溶液的制备** 取大青叶对照药材 1.5g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 超声处理(功率 600W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、腺苷对照品、鸟苷对照品适量, 精密称定, 加水制成每 1ml 含尿苷、腺苷、鸟苷各 60 $\mu$ g 的混合溶液。再取紫丁香苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 60 $\mu$ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 1.0g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 超声处理(功率 600W, 频率 40kHz) 20 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

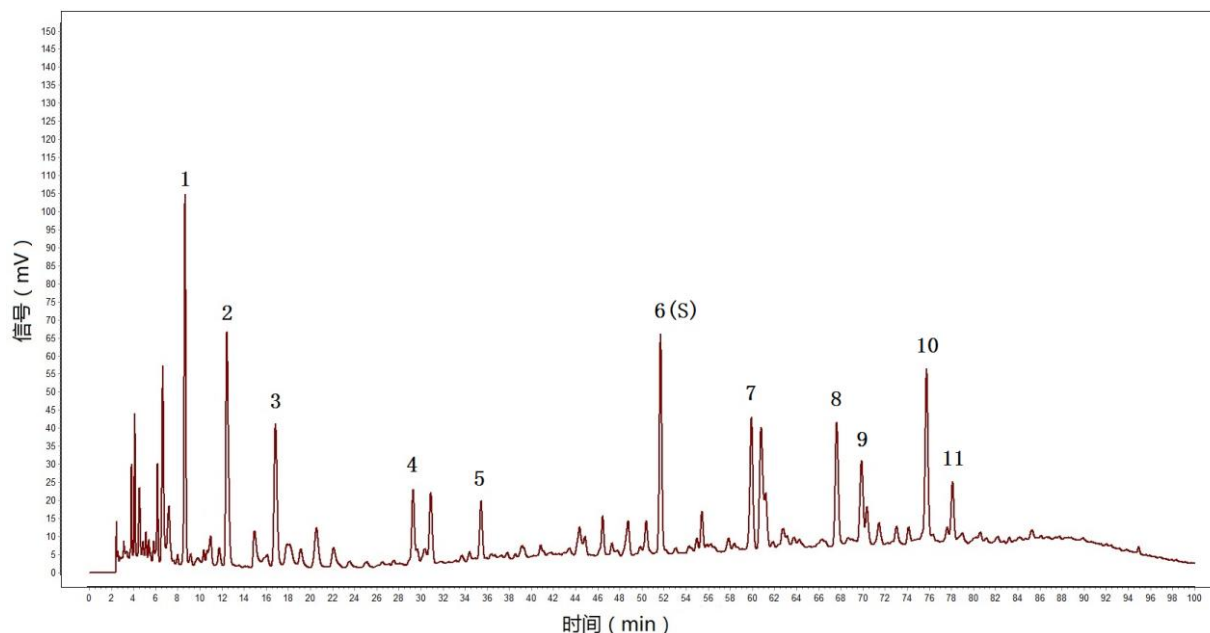
国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

供试品色谱中应呈现 11 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应, 其中 4 个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应, 与紫丁香苷参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算其余各特征峰与 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: 0.567 (峰 4)、0.686 (峰 5)、1.159 (峰 7)、1.308 (峰 8)、1.352 (峰 9)、1.465 (峰 10)、1.511 (峰 11)。



对照特征图谱

峰 1: 尿苷; 峰 2: 腺苷; 峰 3: 鸟苷;

峰 6(S): 紫丁香苷; 峰 9: 异荛草苷; 峰 10: 异牡荆苷; 峰 11: 异金雀花素

色谱柱: ZORBAX SB-Aq C18, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

**【检查】** 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 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; 以甲醇-水 (75:25) 为流动相; 检测波长为 289nm。理论板数按靛玉红峰计算应不低于 4000。

**对照品溶液的制备** 取靛玉红对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 2 $\mu$ g 的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 1.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 600W, 频率 40kHz) 20 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足减失的重量, 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 含靛玉红 ( $C_{16}H_{10}N_2O_2$ ) 应为 25.0 $\mu$ g ~ 113.0 $\mu$ g。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

**【贮藏】** 密封。