

## 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），加入辅料适量，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 5g，研细，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 2015 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 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

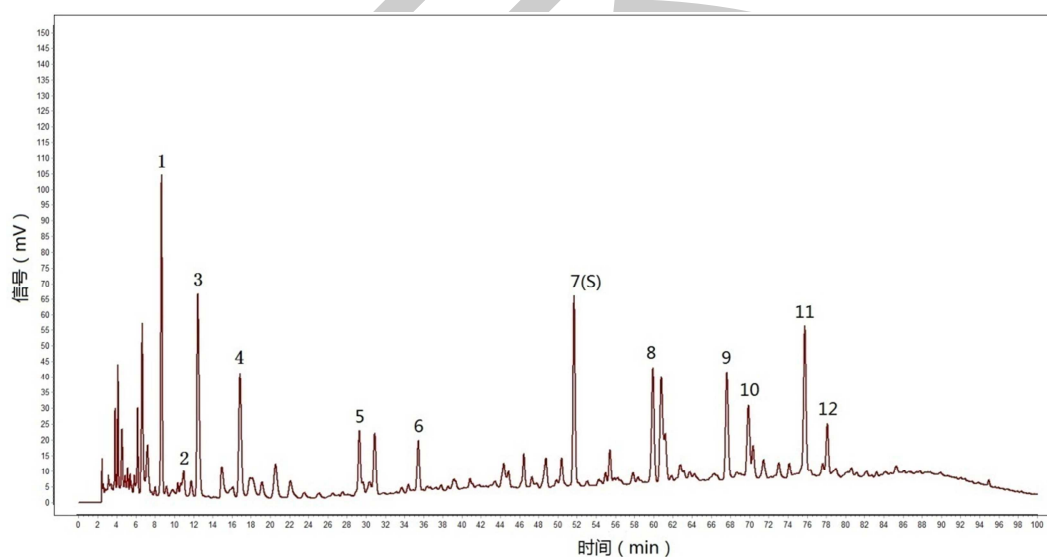
**参照物溶液的制备** 取大青叶对照药材 1.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、次黄嘌呤对照品、腺苷对照品、鸟

苷对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含尿苷 60 $\mu$ g、次黄嘌呤 20 $\mu$ g、腺苷 60 $\mu$ g、鸟苷 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。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中 5 个峰应分别与相应的参照物峰保留时间相同，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 5）、0.686（峰 6）、1.159（峰 8）、1.308（峰 9）、1.352（峰 10）、1.465（峰 11）、1.511（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷 峰 2：次黄嘌呤 峰 3：腺苷 峰 4：鸟苷；

峰 7(S)：紫丁香苷 峰 10：异薹草苷 峰 11：异牡荆苷 峰 12：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 2015 年版 通则 0104)。

**【浸出物】** 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，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 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；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。