

【一】品种说明

【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 2500 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为浅棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

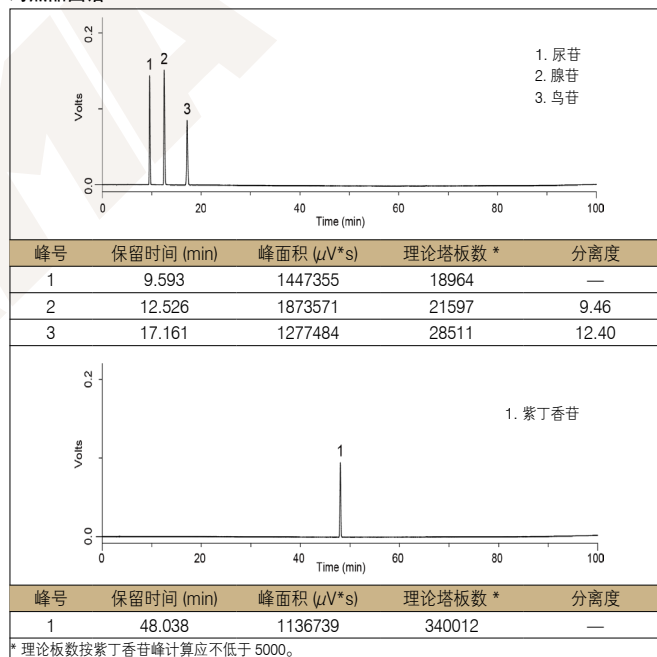
制备方法	参照物溶液 取大青叶对照药材 1.5 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、腺苷对照品、鸟苷对照品适量，精密称定，加水制成每 1 mL 含尿苷、腺苷、鸟苷各 60 μ g 的混合溶液。再取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 60 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 1.0 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，超声处理 20 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m (Cat# 99406)	
流动相	A: 甲醇	B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/% B/%
	0~20	0 → 2 100 → 98
	20~40	2 → 20 98 → 80
	40~80	20 → 45 80 → 55
80~100	45 → 70 55 → 30	
流速	1 mL/min	
进样量	10 μ L	
柱温	30 $^{\circ}$ C	
检测波长	260 nm	
仪器	岛津 LC-20A	

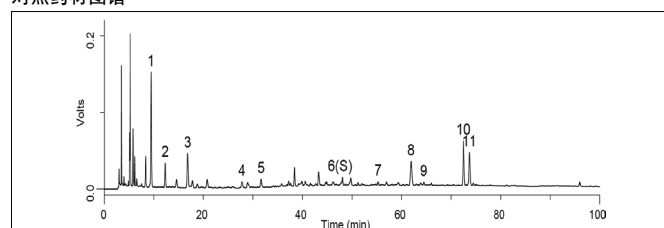
3、实验图谱

对照品图谱



3、实验图谱

对照药材图谱



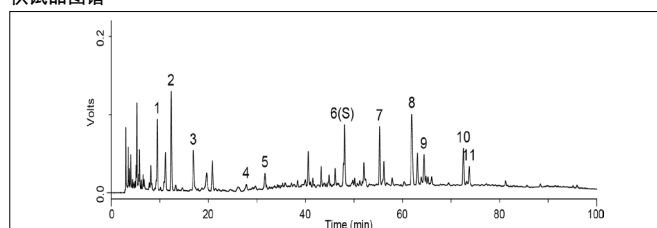
峰 1: 尿苷; 峰 2: 腺苷; 峰 3: 鸟苷; 峰 6(S): 紫丁香苷; 峰 9: 异荭草苷;
峰 10: 异牡荆苷; 峰 11: 异金雀花素

色谱柱: Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm × 250 mm, 5 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	9.454	1526598	18914	—
2	12.303	347851	26658	9.88
3	16.844	620489	29999	13.15
4	27.791	163833	45592	24.07
5	31.641	172157	89306	8.15
6(S)	48.055	143668	373681	44.48
7	55.273	53100	396469	21.68
8	61.934	635246	206915	14.87
9	64.500	52756	403821	5.40
10	72.492	874792	501128	19.59
11	73.684	668770	520066	2.91

* 理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 5000。

供试品图谱



峰 1: 尿苷; 峰 2: 腺苷; 峰 3: 鸟苷; 峰 6(S): 紫丁香苷; 峰 9: 异荭草苷;
峰 10: 异牡荆苷; 峰 11: 异金雀花素

色谱柱: Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm × 250 mm, 5 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	9.456	—	—	—	991650	18601	—
2	12.316	—	—	—	1505139	22752	9.47
3	16.896	—	—	—	824320	27622	12.49
4	27.795	0.579	0.567	0.510~0.624	175918	40358	22.70
5	31.646	0.659	0.686	0.617~0.755	291913	91302	7.92
6(S)	48.044	—	1.000	—	1211482	334460	43.65
7	55.254	1.150	1.159	1.043~1.275	909812	432504	21.57
8	61.887	1.288	1.308	1.177~1.439	1753285	222441	15.40
9	64.403	1.313	1.352	1.217~1.487	465578	471839	5.59
10	72.514	1.509	1.465	1.319~1.612	702761	502535	20.68
11	73.721	1.534	1.511	1.360~1.662	341605	544703	2.98

* 理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 5000。

4、实验结果

使用色谱柱 Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm × 250 mm, 5 μm (Cat# 99406) 检测大青叶配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 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 峰的相对保留时间分别为 0.579(峰 4)、0.659(峰 5)、1.150(峰 7)、1.288(峰 8)、1.313(峰 9)、1.509(峰 10)、1.534(峰 11), 在规定值的 ± 10% 范围之内, 符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

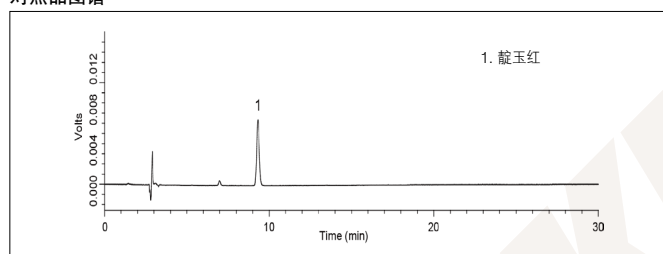
制备方法 **对照品溶液** 取靛玉红对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 2 μg 的溶液，即得。
供试品溶液 取本品适量，研细，取约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99406)
流动相	甲醇:水 = 75:25
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μL
柱温	30 $^{\circ}\text{C}$
检测波长	289 nm
仪器	岛津 LC-2040C

3、实验图谱

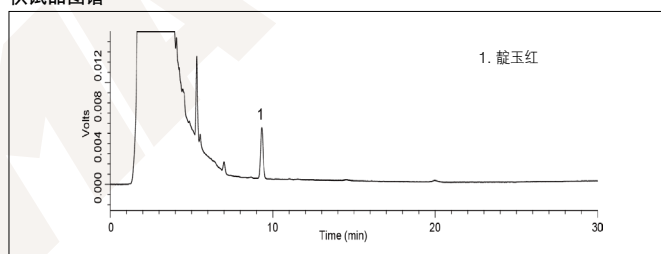
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	理论塔板数 *	拖尾因子	分离度
1	9.311	70753	16430	1.087	—

* 理论板数按靛玉红峰计算应不低于 4000。

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 *	拖尾因子	分离度
1	9.321	52431	17992	1.083	—

* 理论板数按靛玉红峰计算应不低于 4000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含靛玉红 ($\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$) 为 42.6 μg ，在方法规定的范围内 (25.0 μg ~113.0 μg)。