

附件 2：蓼大青叶配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

蓼大青叶配方颗粒  
Liaodaqingye Peifangkeli

【来源】本品为蓼科植物蓼蓝 *Polygonum tinctorium* Ait. 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】取蓼大青叶饮片 6700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.0%-14.9%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄色至棕黄色颗粒；气微、味微涩而稍苦。

【鉴别】取本品 5g，研细，置锥形瓶中，加 2% 水合氯醛的三氯甲烷溶液约 25ml，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）1.5 小时，取出，放冷，摇匀，滤过，取溶液 10ml，浓缩至约 1ml，作为供试品溶液。另取靛蓝对照品，加三氯甲烷制成每 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，吸取上述两种溶液各 5~10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以苯-三氯甲烷-丙酮（5:4:1）为展开剂，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，显相同颜色的蓝色斑点。

【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实验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，ZORBAX Bonus-RP（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm。理论板数按鸟苷峰计算应不低于 3000。

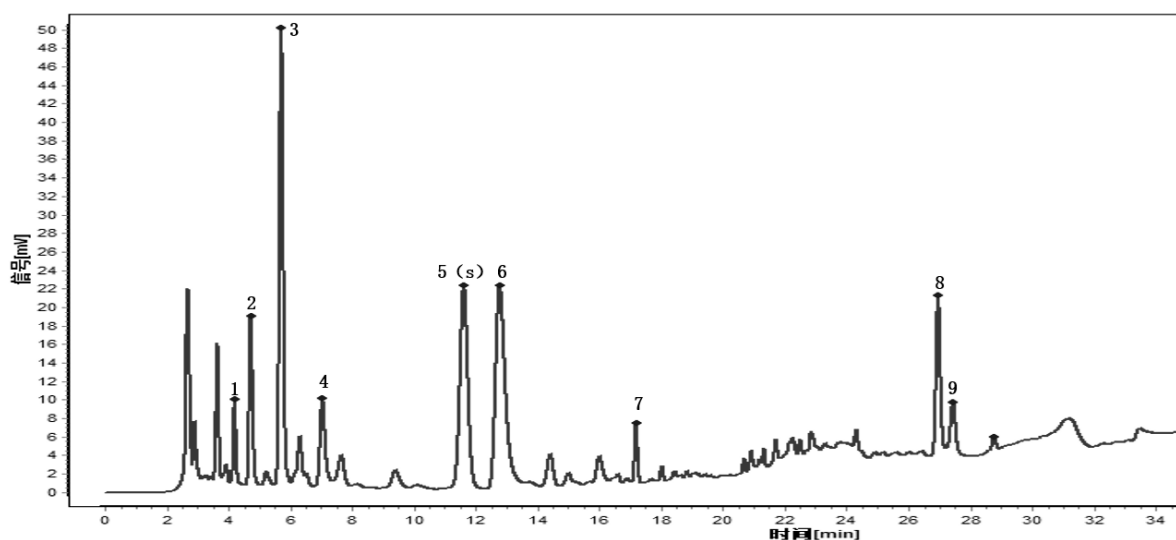
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~10   | 3        | 97       |
| 10~15  | 3→25     | 97→75    |
| 15~20  | 25→55    | 75→45    |
| 20~25  | 55→64    | 45→36    |
| 25~35  | 64→90    | 36→10    |

**参照物溶液的制备** 取鸟苷对照品、尿苷对照品、腺苷对照品适量，精密称定，加 10% 甲醇分别制成每 1ml 含 0.02mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同【含量测定】项。

**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。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，其中峰 3、峰 5 和峰 7 应分别与对照品参照物尿苷、鸟苷和腺苷峰保留时间相对应。与鸟苷参照物峰相对应的峰 5 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：0.34（峰 1）、0.39（峰 2）、0.58（峰 4）、1.09（峰 6）、2.30（峰 8）、2.35（峰 9）。



对照特征图谱

峰 3：尿苷 峰 5 (S)：鸟苷 峰 7：腺苷

色谱柱：ZORBAX Bonus-RP, 4.6 $\times$ 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，应不得少于 24.0%。

**【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实验** 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，以水为流动相 B，按下表规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。

理论板数按鸟苷峰计算应不低于 3000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~10   | 3        | 97       |
| 10~15  | 3→25     | 97→75    |
| 15~20  | 25→55    | 75→45    |
| 20~25  | 55→64    | 45→36    |
| 25~35  | 64→90    | 36→10    |

**对照品溶液的制备** 取鸟苷对照品适量，精密称定，加 10%甲醇制成每 1ml 含 0.02mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.1g，置具塞锥形瓶中，精密加入水 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 含鸟苷（C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>）应为 1.0mg~3.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7g。

**【贮藏】** 密封