

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

淡豆豉配方颗粒

Dandouchi Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物大豆 *Glycine max*(L.)Merr. 的干燥成熟种子（黑豆）的发酵加工品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】 取淡豆豉饮片3000g，加水煎煮，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为17.5%~30.0%），加入辅料适量，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】 本品为浅黄棕色至黄棕色的颗粒；气特异，味微甘。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取0.5g，加70%乙醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淡豆豉对照药材0.5g，加70%乙醇10ml，同法制得对照药材溶液。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1 μ l、对照药材溶液2 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（3：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%茚三酮丙酮溶液，热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品适量，研细，取1g，加乙醇25ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淡豆豉对照药材1g，同法制得对照药材溶液。再取大豆苷元对照品、染料木素对照品，加甲醇制成每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，吸取上述三种溶液各5 μ l，分别点于同一硅胶GF254薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（10：4：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.7 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.2%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为35℃；检测波长为215nm。理论板数按大豆苷元峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~7	0→6	100→94
7~13	6→9	94→91
13~31	9→39	91→61

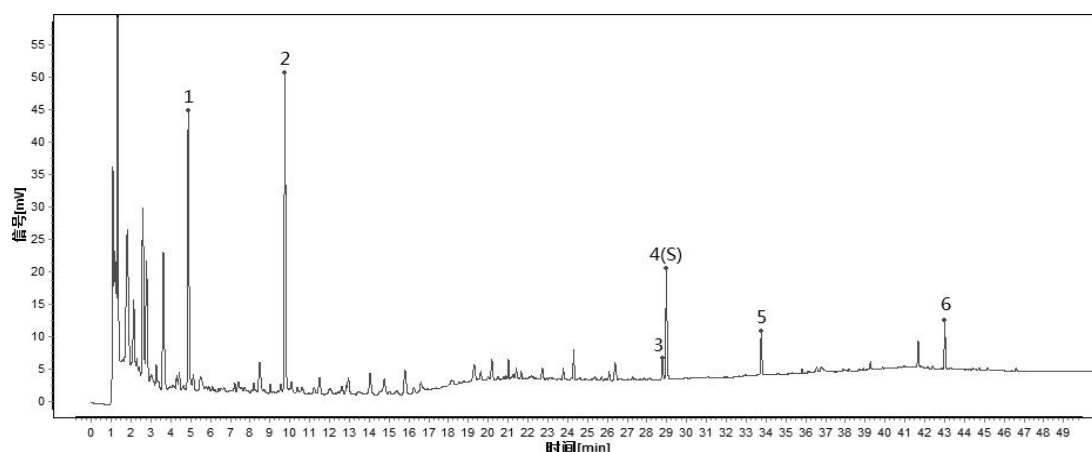
31~36	39→70	61→30
36~45	70→90	30→10
45~50	90	10

参照物溶液的制备 取淡豆豉对照药材0.5g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取黄豆黄素对照品、大豆苷元对照品、染料木素对照品适量，加甲醇制成每1ml含黄豆黄素5μg、大豆苷元4μg、染料木素4μg的混合溶液，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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1μl，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个色谱峰保留时间相对应，其中峰3、峰4、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与大豆苷元参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰2、峰6与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.16（峰1）、0.32（峰2）、1.48（峰6）。



对照特征图谱

峰3：黄豆黄素；峰4（S）：大豆苷元；峰5：染料木素
参考色谱柱：BEH Shield RP18，2.1mm×150mm，1.7μm

【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】 取本品适量，研细，取约2g，精密称定，精密加入乙醇100ml，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，不得少于10.0%。

【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1.6~1.8μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%冰醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为30℃；检测波长为260nm。理论板数按大豆苷元峰和染料木素峰计算均应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~25	15→34	85→66

25~28	34→90	66→10
28~33	90	10

对照品溶液的制备 取大豆苷元对照品、染料木素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含4μg的混合溶液，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，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含大豆苷元（C₁₅H₁₀O₄）和染料木素（C₁₅H₁₀O₅）的总量应为0.40mg~4.00mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.0g。

【贮藏】 密封。