

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

黑豆配方颗粒

Heidou Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的干燥成熟种子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】 取黑豆饮片 5800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.3%~17.2%），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】 本品为浅灰红色至浅红棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加水 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黑豆对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至 20ml，用乙酸乙酯振摇提取，同法制成对照药材溶液。再取大豆苷对照品、大豆苷元对照品，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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 3 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-甲醇-甲酸（14：6：0.1）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 同【含量测定】项。

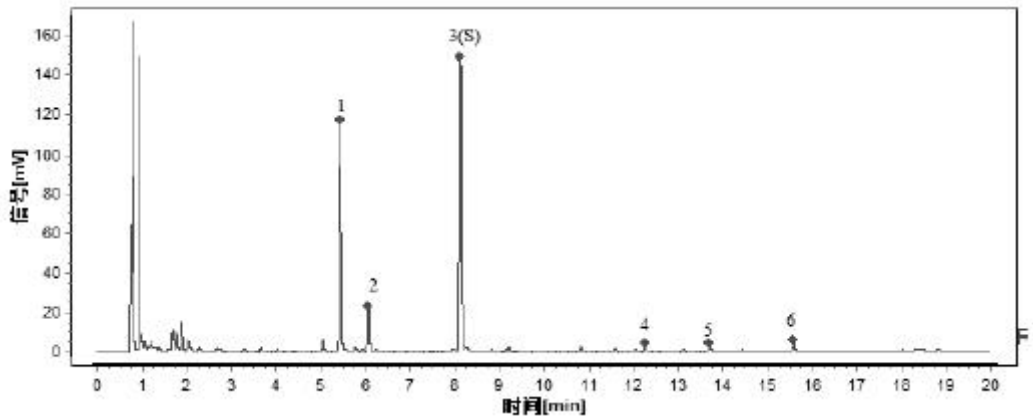
参照物溶液的制备 取黑豆对照药材 1g，加甲醇 25ml，加热回流 90 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取【含量测定】项下对照品溶液作为对照品参照物溶液。再取染料木素对照品、大豆苷元对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含 5 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l，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 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1~峰 4、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与染料木苷参

照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 5 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：1.69（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：大豆苷；峰 2：黄豆黄苷；峰 3：染料木苷；峰 4：大豆苷元；峰 6：染料木素

参考色谱柱：CORTECS T3，2.1mm×100mm，1.6μm

【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 16.0%。

【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 1.6μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 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。理论板数按染料木苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～6	10→17	90→83
6～12	17→25	83→75
12～15	25→35	75→65
15～16	35→45	65→55
16～17	45→60	55→40
17～19	60	40

对照品溶液的制备 取大豆苷对照品、黄豆黄苷对照品、染料木苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大豆苷 30μg、黄豆黄苷 6μg、染料木苷 30μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含大豆苷（ $C_{21}H_{20}O_9$ ）、黄豆黄苷（ $C_{22}H_{22}O_{10}$ ）和染料木苷（ $C_{21}H_{20}O_{10}$ ）总量应为 1.0mg~7.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.8g。

【贮藏】 密封。