

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

赤小豆(赤豆)配方颗粒

Chixiaodou(Chidou) Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物赤豆 *Vigna angularis* Ohwi et Ohashi 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】 取赤小豆(赤豆) 饮片 6500g，加水煎煮， 滤过， 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 9%~15%)，干燥(或干燥，粉碎)，加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕红色至浅棕褐色的颗粒；气微，味微甘。

【鉴别】 取本品适量， 研细，取 1g，加 75%乙醇 25ml，加热回流 30 分钟， 滤过，滤液蒸干， 残渣加水 20ml 使溶解， 用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解， 作为供试品溶液。再取槲皮素对照品、儿茶素对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 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，吸取供试品溶液 5~10 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯- 乙酸乙酯- 甲酸(5：4：1)为展开剂，展开， 取出， 晾干，喷以三氯化铝试液， 热风吹约 1 分钟， 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中， 在与槲皮素对照品色谱相应的位置上， 显相同颜色的荧光斑点。喷以 5%香草醛硫酸乙醇溶液(取香草醛 0.5g，加 10%硫酸乙醇溶液 10ml 使溶解，即得)，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与儿茶素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 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 μ m)；以乙腈为流动相 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； 流速为每分钟 0.7ml；柱温为 20℃； 检测波长为280nm。理论板数按儿茶素色谱峰计算应不低于 2000。

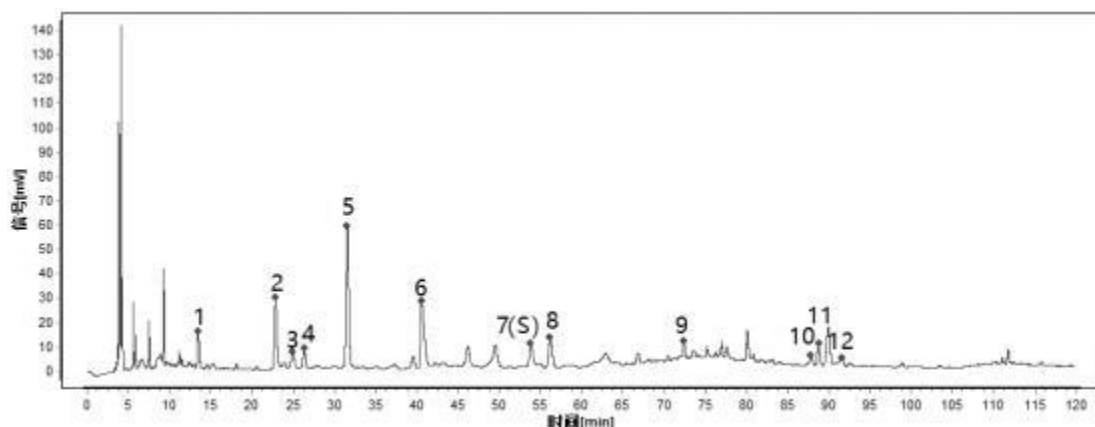
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	2→5	98→95
5~17	5	95
17~22	5→7	95→93
22~30	7	93
30~42	7→9	93→91
42~55	9	91
55~70	9→16	91→84
70~80	16→17	84→83
80~100	17→20	83→80

参照物溶液的制备 取儿茶素对照品、表儿茶素对照品适量，加 50%甲醇制成每 1ml 各 40 μ g 的混合溶液，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 1g，加 50%甲醇 25ml，超声处理(功率 250W，频率 40kHz) 30 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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色图谱中应呈现 12 个特征峰，其中峰 7、峰 9 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与儿茶素参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~峰 6、峰 8、峰 10~峰 12 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：0.25 (峰 1)、0.42 (峰 2)、0.46 (峰 3)、0.49 (峰 4)、0.59 (峰 5)、0.75 (峰 6)、1.04 (峰 8)、1.63 (峰 10)、1.65 (峰 11)、1.70 (峰 12)。



对照特征图谱

峰 7 (S)：儿茶素；峰 9：表儿茶素

参考色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18，4.6mm \times 250mm，5 μ 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】 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 6.5%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml 与 6ml，分别置 25ml 量瓶中，各加水至 6ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，混匀，放置 6 分钟，加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加氢氧化钠试液 10ml，再用水稀释至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法(中国药典 2020 年版通则 0401)，在 500nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇

50ml, 称定重量, 加热回流 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 3ml, 置 25ml 量瓶中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“加水至 6ml”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的浓度, 计算, 即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁($C_{27}H_{30}O_{16}$)计, 应为 50.0mg~140.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.5g。

【贮藏】 密封。