

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230023

### 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%），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 0.5g，研细，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，吸取上述供试品溶液 1 $\mu$ l、对照药材溶液 2 $\mu$ 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 1g，研细，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和染料木素对照品，分别加甲醇制成每 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，吸取上述四种溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 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 $\mu$ 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 0.30ml；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。

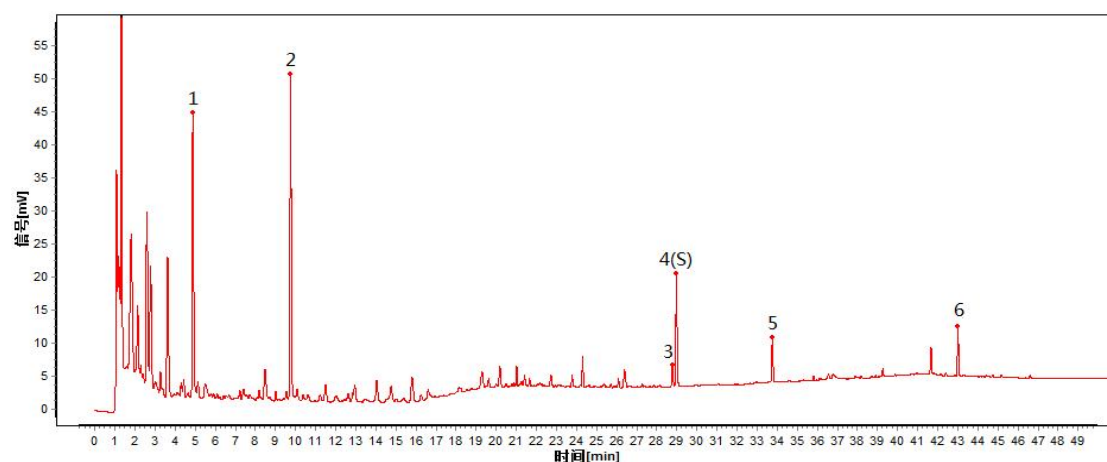
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	0→6	100→94
7~13	6→9	94→91
13~31	9→39	91→61
31~36	39→70	61→30
36~45	70→90	30→10
45~50	90	10

**参照物溶液的制备** 取淡豆豉对照药材约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含黄豆黄素 5 $\mu$ g、大豆苷元 20 $\mu$ g、染料木素 10 $\mu$ g 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 1 $\mu$ 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 个色谱峰保留时间相对应，其中 3 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应；与大豆苷元参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 和峰 6 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：0.16（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  
色谱柱：BEH Shield RP18；2.1mm $\times$ 150mm，1.7 $\mu$ 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】** 取本品研细，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 12.0%。

**【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 1.6~1.8 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%冰乙酸溶液为流动相 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 $^{\circ}$ C；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不应低于 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 4 $\mu$ g 的混合对照品溶液，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，取出，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 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每 1g 含大豆苷元（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）和染料木素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）总量应为 0.40mg~4.00mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

**【贮藏】** 密封。