黑豆衣配方颗粒

Heidouyi　Peifangkeli

【来源】　本品为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 黑色种子栽培品种的干燥种皮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】　取黑豆衣饮片 7000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7.2%～14.0%），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】　本品为浅棕红色至棕红色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】　取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黑豆衣对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-2mol/L 盐酸（85∶6∶9）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】　照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 5.0%。

【特征图谱】　照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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 1.7μm）；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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 259nm。理论板数按大豆苷峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～10	3→9	97→91

湖北省公示稿

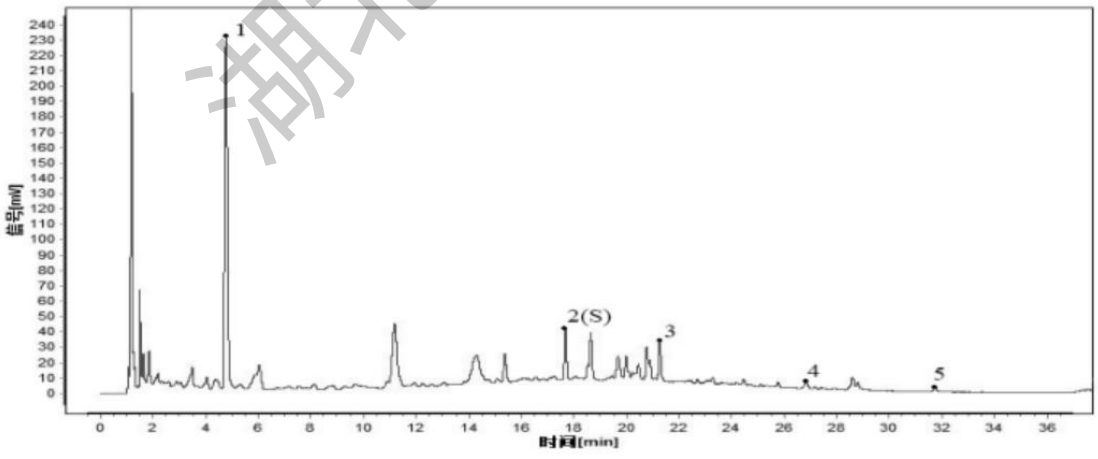
10～35	9→35	91→65
35～37	35→90	65→10

参照物溶液的制备 取黑豆衣对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加入 80%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，作为对照药材参照物溶液。另取大豆苷对照品、大豆苷元对照品、染料木素对照品、原儿茶酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含大豆苷 15μg、大豆苷元 2μg、染料木素 1μg、原儿茶酸 15μg 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 0.2g，加 80%甲醇 10ml，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 2、峰 4、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与大豆苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 3 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：1.22（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 2：大豆苷；峰 4：大豆苷元；峰 5：染料木素

色谱柱：BEH C18，2.1mm×150mm，1.7μm

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0512）

湖北省公示稿

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1.7～1.8μm）；以乙腈-0.1%磷酸（7∶93）为流动相；流速为每分钟0.2ml；柱温为30℃；检测波长为259nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含原儿茶酸15μg的溶液，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50%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%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含原儿茶酸（$C_7H_6O_4$）应为0.8mg～3.6mg。

【规格】　每1g配方颗粒相当于饮片7g

【贮藏】　密封。

湖北省公示稿