

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024007

大豆黄卷配方颗粒

Dadouhuangjuan Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的成熟种子经发芽干燥的炮制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】 取大豆黄卷饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%-25%），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】 本品为黄白色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】 （1）取本品 0.3g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取大豆黄卷对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 2000 转）10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取亮氨酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，吸取对照药材溶液和对照品溶液各 5 μ l、供试品溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（19：5：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取染料木苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，吸取上述对照品溶液与〔鉴别〕（1）项下的对照药材溶液各 5 μ l、〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（10：1.7：1.3）为展开剂，置展开缸中预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，喷以 2% 三氯化铝乙醇溶液，在 105℃ 加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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；以甲醇为流动相 A，以 1% 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 1.0ml；柱温为 35℃；检测波长为 260nm。理论板数按染料木苷峰计算应不低于 5000。

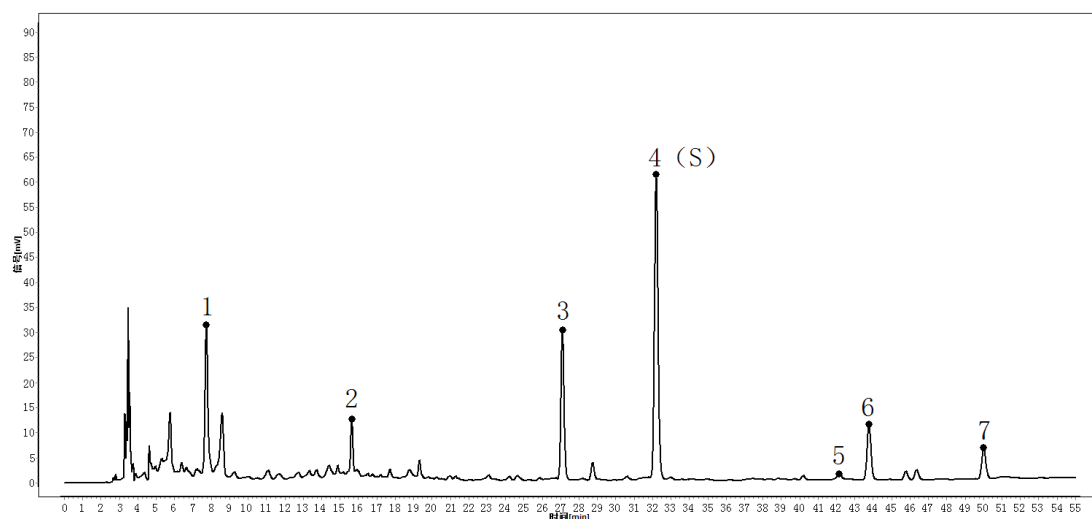
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	5→10	95→90
8~15	10→28	90→72
15~35	28→45	72→55

参照物溶液的制备 取大豆黄卷对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，煎煮 30 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 2000 转）10 分钟，取上清液，蒸干，残渣加 70% 甲醇 10ml 使溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取大豆苷元对照品、染料木素对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇分别制成每 1ml 含大豆苷元、染料木素各 20 μ g 的溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，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。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、峰 4、峰 6、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应，与染料木苷对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 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：0.26（峰 1）、0.51（峰 2）、1.26（峰 5）。计算峰 1 与峰 3 的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 0.30。



对照特征图谱

峰 1：腺苷；峰 2：色氨酸；峰 3：大豆苷；峰 4 (S)：染料木苷；

峰 6：大豆苷元；峰 7：染料木素

色谱柱：5 TC-C18(2)，4.6mm \times 250 mm，5 μ m

【检查】 黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g，含黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ g。

其他 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 22.0%。

【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；以甲醇为流动相 A，以 1%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm。理论板数按大豆苷、染料木苷峰计算均应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	28	72
25~33	28→45	72→55

对照品溶液的制备 取大豆苷对照品、染料木苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含大豆苷、染料木苷各 20μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 2 小时，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含大豆苷（C₂₁H₂₀O₉）和染料木苷（C₂₁H₂₀O₁₀）的总量应为 3.70mg~6.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。