

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230131

### 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，加水煎煮两次，滤过，合并滤液，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%-25.0%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，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）取本品适量，研细，取 0.3g，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取大豆黄卷对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 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，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，吸取供试品溶液 10 $\mu$ l、对照药材溶液和对照品溶液各 5 $\mu$ 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 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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。

（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）项下对照药材溶液各 5 $\mu$ l、[鉴别]（1）项下的供试品溶液 10 $\mu$ 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 $^{\circ}$ C 加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

**【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。

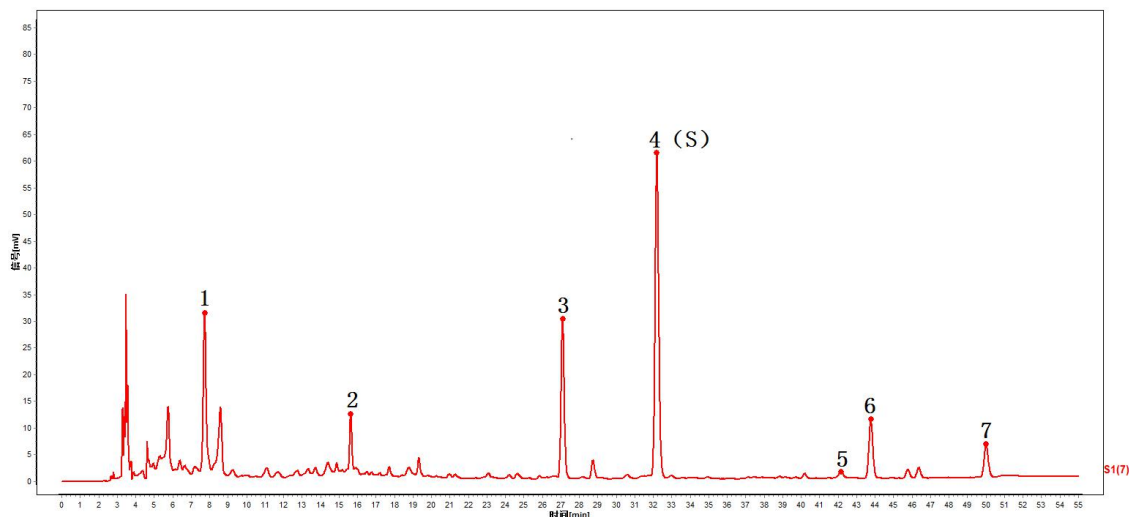
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	5→10	95→90
8~15	10→28	90→72
15~35	28→45	72→55
35~55	45→60	55→40

**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。另取大豆苷对照品、染料木苷对照品、大豆苷元对照品、染料木素对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 各含 20μg 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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加入 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 μl，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 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4、峰 6、峰 7 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应，与染料木苷对照品参照物峰相应的峰为 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±10%范围之内。规定值为：0.26（峰 1）、0.51（峰 2）、1.26（峰 5）。



对照特征图谱

峰 3: 大豆苷; 峰 4 (S): 染料木苷; 峰 6: 大豆苷元; 峰 7: 染料木素

参考色谱柱: 5 TC-C18(2), 4.6mm×250 mm, 5 μm

**【浸出物】** 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，用乙醇作溶剂，不得少于 20.0%。

**【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、染料木苷峰计算应均不得低于 5000。

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

**对照溶液的制备** 取大豆苷对照品、染料木苷对照品各适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 各含 20μg 的混合溶液，即得。

**供试品溶液制备** 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，过滤，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（ $C_{21}H_{20}O_9$ ）和染料木苷（ $C_{21}H_{20}O_{10}$ ）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。