

· 专题 ·

淡豆豉关键质量指标的确定及标准修订[△]李宁新¹, 卢志标², 马潇³, 李明华¹, 郭晓晗¹, 程显隆^{1*}, 魏锋^{1*}, 马双成¹

1. 中国食品药品检定研究院, 北京 100050; 2. 桂林三金药业有限公司, 广西 桂林 541000;

3. 甘肃省药品检验研究院, 甘肃 兰州 730000

[摘要] 目的: 拟根据淡豆豉的质量问题, 选择适合的质量控制指标, 采用生药鉴定学、薄层鉴别、含量测定等方法, 开展淡豆豉质量标准研究工作, 为淡豆豉药材质量标准的提升和完善提供参考。方法: 采用传统生药鉴定方法, 对淡豆豉及其伪品的性状特征进行比较, 找出具有鉴别专属性的性状特征, 修订淡豆豉的性状鉴别项; 对淡豆豉标准薄层鉴别中的展开剂进行优化, 建立专属性强的薄层鉴别方法; 根据淡豆豉发酵前后的成分差异, 以能体现发酵程度的大豆苷元、染料木素为指标, 建立含量测定方法, 以 Agilent SB C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱为固定相, 以乙腈-1% 冰醋酸 (25:75) 为流动相, 流速为 1 mL·min⁻¹, 柱温为 40 ℃, 检测波长为 260 nm。结果: 建立的性状鉴别项, 能从种脐特征区分伪品黑豆豉; 建立的薄层鉴别方法也能有效地区分伪品; 选择的大豆苷元、染料木素作为含量测定指标, 可以有效地区分正伪品及未发酵品, 考虑到不同发酵工艺的差异造成的含量差异, 建议淡豆豉中染料木素、大豆苷元的总量不得少于 0.040%。结论: 建立的性状鉴别项、薄层鉴别项和含量测定方法能够更好地控制淡豆豉质量, 可为 2020 年版《中华人民共和国药典》关于淡豆豉药材质量标准的修订提供参考。

[关键词] 中药材; 淡豆豉; 指标成分; 标准修订

[中图分类号] R282.71 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1673-4890(2020)07-1000-06

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20200316008

Definition of Key Components for Quality Control on Revision of Standards of Sojae Semen Praeparatum

LI Ning-xin¹, LU Zhi-biao², MA Xiao³, LI Ming-hua¹, GUO Xiao-han¹,CHENG Xian-long^{1*}, WEI Feng^{1*}, MA Shuang-cheng¹

1. National Institute for Food and Drug Control, Beijing 100050, China;

2. Guilin Sanjin Pharmaceutical Co., Ltd., Guilin 541000, China;

3. Gansu Institute for Drug Control, Lanzhou 730000, China

[Abstract] **Objective:** To improve the standard of Sojae Semen Praeparatum, the key index components were selected to revise the standard of Sojae Semen Praeparatum, due to its quality problem. **Methods:** The morphologic characteristics were found to modify the description of the standard by pharmacognosic methods, the TLC method was established by option of development solvent and replacement of the TLC plate, daidzein and genistein were selected to establish the assay method. The determination was carried out by means of an Agilent SB-C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) column. The mobile phase was composed of acetonitrile and water solvent containing 1% glacial acetic acid (25:75). The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and the detection wavelength was 260 nm. The column temperature was set at 40 ℃. **Results:** The description, TLC method were able to distinguish Sojae Semen Praeparatum from its adulterants. The assay method can used not only to distinguish Sojae Semen Praeparatum and its adulterants, but also to distinguish whether Sojae Semen Praeparatum was fermented or not. The proposed content limit of sum of daidzein and genistein was not less than 0.040%. **Conclusion:** The description, TLC method, assay method can be used to control the quality of Sojae Semen Praeparatum, which can be the

[△] [基金项目] 国家重点研发计划“中药材净切制关键技术与智能设备研究及应用”(2019YFC1711500)

* [通信作者] 程显隆, 研究员, 研究方向: 中药质量控制; Tel: (010)67095432, E-mail: cxl@nifdc.org.cn
魏锋, 研究员, 研究方向: 中药质量评价; Tel: (010)67095432, E-mail: weifeng@nifdc.org.cn

reference for standard revision of it.

[**Keywords**] traditional Chinese medicine; Sojae Semen Praeparatum; index components; standard revision

淡豆豉为《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)2015 年版收载品种,其为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的成熟种子的发酵加工品,具有解表、除烦、宣发郁热的功效,临床用于感冒、寒热头痛、烦躁胸闷、虚烦不眠^[1]。研究表明,淡豆豉中的主要成分有大豆蛋白、异黄酮类等^[2-7]。

目前存在以黑芸豆冒充淡豆豉、发酵不完全的质量问题,除《中国药典》外,全国共有 22 个省市中药饮片炮制规范收载了淡豆豉饮片,这些质量标准不能控制上述质量问题。《中国药典》(2015 年版)存在的问题一是来源中没有明确是黑豆还是黄豆;二是性状项下内容不完善,没有淡豆豉区别于黑芸豆、料豆等其他豆类的性状特征描述;三是缺少专属性的质量控制指标,薄层色谱鉴别专属性不强,不能有效地区分黑芸豆和淡豆豉;四是标准中无法对淡豆豉是否发酵进行界定。鉴于标准存在的上述问题,对淡豆豉质量标准的来源、性状、鉴别进行了修订,并增加了含量测定项,有效地控制淡豆豉质量。

1 材料

1.1 仪器

Waters 2695 高效液相色谱仪、Empower 色谱工作站; AE 204 型梅特勒-托利多万分之一电子天平;超纯水仪(Millipore 公司); KQ5200DE 型超声波清洗仪(江苏省金坛市宏凯仪器厂)。

1.2 试药

染料木素、大豆异黄酮对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 111704-201703、111502-200402,纯度均为 99.9%); 黄曲霉素混合对照品溶液(中国食品药品检定研究院,批号: 610001-201905); 冰醋酸(国药集团化学试剂有限公司,分析纯,批号: 10000218); 乙腈(Fisher Chemical,色谱纯,批号: 178509); 水为自制超纯水。

淡豆豉为按批准文号生产的中药饮片。本次实验研究收集了国内 20 多家, 25 批次淡豆豉产品,包括各大型企业,样品具有广泛的代表性。同时收集了 10 批黑芸豆发酵品,见表 1。

表 1 淡豆豉及黑芸豆发酵品信息

样品编号	名称	批号	产地
1	淡豆豉	181101	广东
2	淡豆豉	181201	四川
3	淡豆豉	180820	浙江
4	淡豆豉	2018051212	湖南
5	淡豆豉	181101	广东
6	淡豆豉	181002	山西
7	淡豆豉	18102101	河北
8	淡豆豉	181210	浙江
9	淡豆豉	1804010530	河北
10	淡豆豉	181002	安徽
11	淡豆豉	1809002	河北
12	淡豆豉	180702	河北
13	淡豆豉	C18032601	河北
14	淡豆豉	1811001	河北
15	淡豆豉	1809001	河北
16	淡豆豉	JH01	河北
17	淡豆豉	LS01	河北
18	淡豆豉	FJ01	实验室发酵
19	淡豆豉	FJ02	实验室发酵
20	淡豆豉	—	河北
21	淡豆豉	160801	河北
22	淡豆豉	180701	安徽
23	淡豆豉	20171001	河北
24	淡豆豉	1809036-01	天津
25	淡豆豉	1810100552	安徽
26	黑芸豆发酵品	181002	安徽
27	黑芸豆发酵品	17052103	内蒙古
28	黑芸豆发酵品	170701	河北
29	黑芸豆发酵品	170301	安徽
30	黑芸豆发酵品	170801	安徽
31	黑芸豆发酵品	18100127	四川
32	黑芸豆发酵品	19010101	甘肃
33	黑芸豆发酵品	190301	重庆
34	黑芸豆发酵品	180301	安徽
35	黑芸豆发酵品	180201	安徽

注:—表示无批号信息。

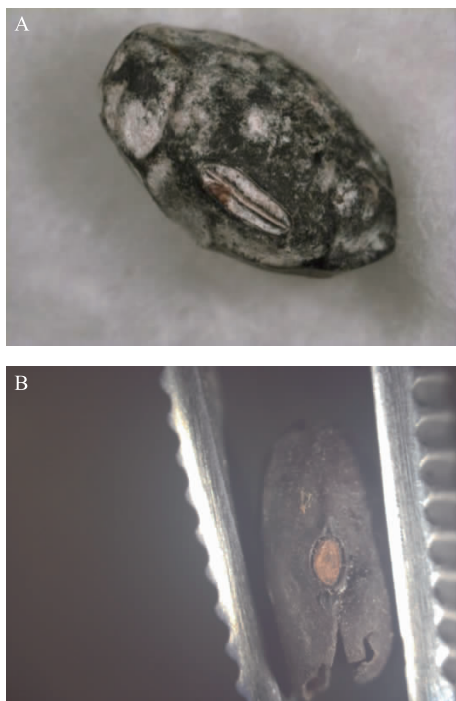
2 方法与结果

2.1 来源

本品为黑豆的发酵加工品。

2.2 性状

本品呈椭圆形,略扁,长0.6~1 cm,直径0.5~0.7 cm,表面黑色,皱缩不平,一侧有长椭圆形种脐,质地稍疏松,柔软或脆。断面棕黑色。气香,味微甘。淡豆豉种脐典型特征见图1A。伪品黑芸豆发酵品的典型特征是种脐呈近圆形或椭圆形,约占总长的1/6,见图1B。



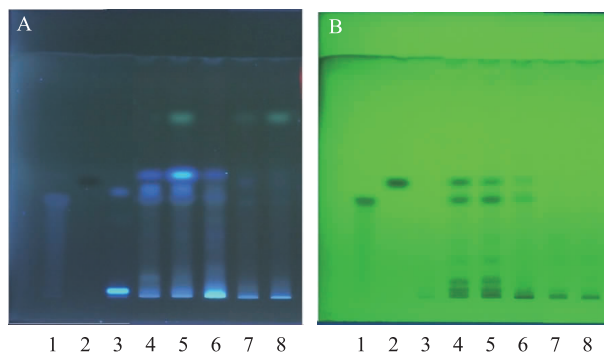
注: A. 淡豆豉; B. 黑芸豆发酵品。

图1 淡豆豉与黑芸豆发酵品典型特征

2.3 薄层鉴别

取本品粉末(过二号筛)约1 g,加乙醇25 mL,超声30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取淡豆豉对照药材1 g,青蒿对照药材0.2 g,同法分别制成对照药材溶液。再取大豆苷元和染料木素对照品,分别加乙醇制成每1 mL含0.5 mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则0502)试验,吸取上述5种溶液5~10 μL ,分别点于同一硅胶GF₂₅₄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(365 nm)下检视,供试品色谱中,

在与青蒿对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的蓝色荧光主斑点;再置紫外光灯(254 nm)下检视,供试品色谱中,在与淡豆豉对照药材和大豆苷元、染料木素对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。淡豆豉及其伪品黑芸豆发酵品代表色谱图见图2。



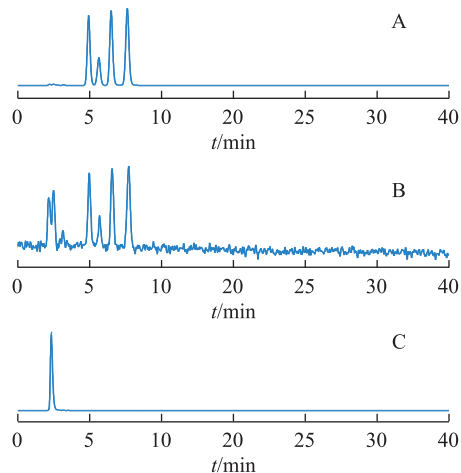
注: A. 紫外光(365 nm)下检视; B. 紫外光(254 nm)下检视; 1. 大豆苷元; 2. 染料木素; 3. 青蒿对照药材(批号: 121016~201506); 4. 淡豆豉对照药材(批号: 121594~201804); 5. 淡豆豉样品13; 6. 淡豆豉样品14; 7. 黑芸豆发酵品1; 8. 黑芸豆发酵品2。

图2 淡豆豉及其伪品黑芸豆发酵品薄层色谱图

2.4 黄曲霉毒素

2.4.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇(35:10)为流动相A,以水流动相B;采用光化学衍生器(254 nm),以荧光检测器检测,激发波长为360 nm,发射波长为450 nm,2个相邻色谱峰的分度度应>1.5。

2.4.2 对照品储备液配制 取黄曲霉毒素混合对照品溶液(黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素B₂、黄曲霉毒素G₁、黄曲霉毒素G₂的质量浓度分别为1.02、0.43、1.06、0.38 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)1 mL稀释至10 mL备用。色谱图见图3。



注: A. 混合对照品; B. 检出限; C. 样品。

图3 黄曲霉毒素测定HPLC图

2.4.3 标准曲线配制 取对照品储备液分别稀释5、10、20、50、100、200倍即得。以质量浓度 X 为横坐标,以峰面积 Y 为纵坐标,绘制标准曲线,黄曲霉毒素 B_1 、黄曲霉毒素 B_2 、黄曲霉毒素 G_1 、黄曲霉毒素 G_2 回归方程分别为: $Y=41.177X+10.182$ ($r=0.9965$); $Y=93.94X+6.8727$ ($r=0.9965$); $Y=19.0890X+3.9148$ ($r=0.9964$); $Y=48.545X+4.1492$ ($r=0.9966$)。

2.4.4 供试品溶液的制备 取供试品粉末约15 g(过二号筛),精密称定,置均质瓶中,加氯化钠3 g,精密加入70%的甲醇75 mL,高速搅拌2 min(搅拌速度 $>11\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$), $2500\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ (离心半径为15 cm)离心5 min,精密量取上清液15 mL,置50 mL的量瓶中,1%的聚山梨酯20稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(玻璃纤维滤纸)滤过,取续滤液20 mL,过免疫亲和柱,流速 $3\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,用1%聚山梨酯20 10 mL洗脱,再用10 mL水洗脱,弃去洗脱液,使空气进入柱子,将水吹干,用适量甲醇洗脱,收集洗脱液至2 mL量瓶中,并用甲醇定容,摇匀,即得。色谱图见图3。

2.4.5 样品测定 按2.4.1、2.4.2、2.4.3项下对照品与供试品溶液制备方法,制得对照品和供试品溶液。分别精密吸取对照品和供试品溶液各10 μL ,注入液相色谱仪,测定即得。22批淡豆豉样品结果显示,有11批样品检出黄曲霉毒素 B_1 ,结果均小于 $1\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$,黄曲霉毒素 B_2 、黄曲霉毒素 G_1 、黄曲霉毒素 G_2 均未检出。其余11批样品中黄曲霉毒素 B_1 、黄曲霉毒素 B_2 、黄曲霉毒素 G_1 、黄曲霉毒素 G_2 均未检出。

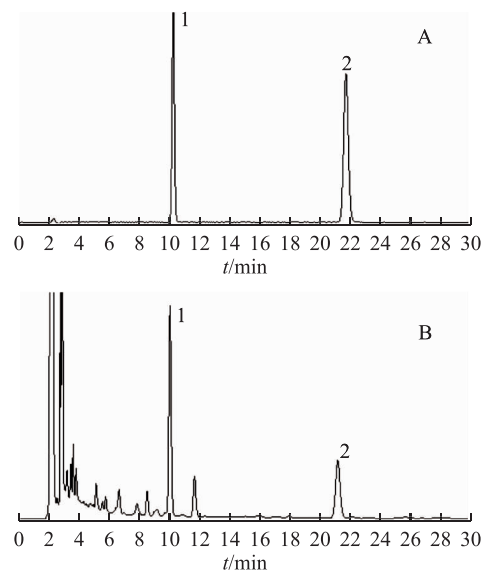
2.5 含量测定

2.5.1 色谱条件与系统适用性试验 以Agilent SB C₁₈(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm)色谱柱为固定相;以乙腈-1%冰醋酸(25:75)为流动相;流速为 $1\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$;柱温为40 $^{\circ}\text{C}$;检测波长为260 nm。理论板数按大豆苷元、染料木素峰计算均不得低于5000。

2.5.2 对照品溶液的制备 取大豆苷元对照品、染料木素对照品各10 mg,精密称定,置50 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取1 mL,置10 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每1 mL中含大豆苷元21.14 μg ,染料木素各18.01 μg)。见图4。

2.5.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过四号筛)

约1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,加热回流1 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得(见图4)。



注: A. 对照品; B. 样品; 1. 大豆苷元; 2. 染料木素。

图4 淡豆豉含量测定对照品及样品HPLC图

2.5.4 线性关系考察 取大豆苷元和染料木素对照品适量,精密称定,加甲醇分别制成每1 mL含大豆苷元21.14 μg 、染料木素18.01 μg 的对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液各1、2、5、10、15、20、25、30 μL ,按拟定色谱条件测定峰面积。以进样量 X (μg)为横坐标,色谱峰面积 Y 为纵坐标,绘制标准曲线。大豆苷元的回归方程为 $Y=5\,000\,000X-1\,182.3$,线性范围为0.021 14~0.634 2 μg , $r=1$;染料木素的回归方程为 $Y=8\,000\,000X-4\,376.3$,线性范围为0.018 0~0.540 3 μg , $r=0.9999$ 。

2.5.5 精密度试验 分别精密吸取同一对照品溶液10 μL ,按照2.5.1项色谱条件进行测定,连续进样6次,结果6次进样所测得色谱峰的峰面积RSD均小于1.0%,表明精密度良好。

2.5.6 稳定性试验 分别精密吸取同一供试品溶液10 μL ,分别在0、4、8、12、24、48 h按照2.5.1项色谱条件进行测定,结果6次进样所测得色谱峰的峰面积RSD均小于1.0%,表明24 h内供试品溶液稳定性较好。

2.5.7 重复性试验 分别精密称取同一批样品(样品16)6份,按2.5.3项下方法制备供试品溶液,进行含量测定,结果大豆苷元平均质量分数为0.070

6%, RSD 为 0.61%, 染料木素平均质量分数为 0.031 1%, RSD 为 0.72%, 表明重复性良好。

2.5.8 加样回收率试验 取重复性试验已测知含量(大豆苷元 $0.705\ 7\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、染料木素 $0.310\ 7\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)的药材(样品 16)粉末 $0.50\ \text{g}$, 精密称定, 精密加入大豆苷元、染料木素混合对照品溶液(大豆苷元 $15.8\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、染料木素 $6.4\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$) $25\ \text{mL}$, 按照拟定的方法制备供试品溶液, 平行制备 6 份, 按照拟定的色谱条件进样测定, 计算加样回收率, 结果大豆苷元加样回收率为 102.15%, RSD 为 0.92%; 染料木素加样回收率为 100.22%, RSD 为 1.27%, 结果见表 2。表明方法的准确度良好。

表 2 淡豆豉大豆苷元、染料木素加样回收率结果($n=6$)

	样品中 含量/mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
大豆苷元	0.359 4	0.394 0	0.759 6	101.58	102.15	0.92
	0.356 1	0.394 0	0.757 2	101.81		
	0.356 0	0.394 0	0.759 3	102.37		
	0.357 7	0.394 0	0.767 0	103.87		
	0.355 3	0.394 0	0.753 9	101.17		
	0.356 5	0.394 0	0.758 8	102.13		
染料木素	0.158 3	0.160 6	0.318 1	99.52	100.22	1.27
	0.156 9	0.160 6	0.314 8	98.35		
	0.156 8	0.160 6	0.317 0	99.74		
	0.157 6	0.160 6	0.320 7	101.57		
	0.156 5	0.160 6	0.318 0	100.54		
	0.157 0	0.160 6	0.320 2	101.61		

2.5.9 样品测定 按 2.5.2 和 2.5.3 项下供试品与对照品溶液制备方法, 制得供试品和对照品溶液。精密吸取大豆苷元、染料木素混合对照品溶液(大豆苷元 $21.14\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、染料木素 $18.01\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$) $10\ \mu\text{L}$, 供试品溶液 $10\ \mu\text{L}$, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 按外标法计算含量。结果(按干燥品计算)见表 3。

根据测定结果, 20 批淡豆豉大豆苷元质量分数为 0.020 7% ~ 0.107 8%, 染料木素质量分数为 0.007 2% ~ 0.077 3%, 大豆苷元和染料木素含量总和为 0.038 4% ~ 0.175 0%, 含量总和平均值为 0.088%。由于含量范围变化幅度较大, 根据样品发酵实际情况, 将限度设定为 0.040%。

表 3 25 批淡豆豉含量测定结果(按干燥品计)

序号	大豆苷元		染料木素	
	平均质量分数	RSD	平均质量分数	RSD
1	0.033 6	2.26	0.054 6	1.91
2	0.036 4	2.30	0.026 8	1.98
3	0.045 7	2.41	0.033 6	1.79
4	0.082 5	2.25	0.062 5	1.89
5	0.063 4	2.26	0.045 8	1.91
6	0.063 3	2.26	0.007 3	1.94
7	0.038 4	2.26	0.018 9	1.94
8	0.044 4	2.25	0.009 2	2.20
9	0.048 1	2.25	0.022 2	1.89
10	0.038 6	2.26	0.035 1	1.95
11	0.062 8	2.35	0.007 2	2.35
12	0.097 8	2.28	0.077 3	1.92
13	0.107 8	2.25	0.044 7	1.90
14	0.033 6	2.44	0.007 9	2.32
15	0.060 4	3.08	0.010 4	3.20
16	0.069 7	2.30	0.031 5	2.05
17	0.051 5	3.31	0.029 6	1.69
18	0.032 8	3.04	0.015 1	1.97
19	0.035 3	2.38	0.009 1	2.60
20	0.101 2	2.32	0.046 0	2.48
21	0.083 2	0.17	0.046 0	0.09
22	0.026 9	0.19	0.019 1	0.96
23	0.086 4	0.18	0.065 7	0.18
24	0.071 9	0.06	0.036 9	0.19
25	0.020 7	0.08	0.017 7	0.23

3 讨论

淡豆豉的基原规定了本品为豆科植物大豆 *G. max* (L.) Merr. 的成熟种子的发酵加工品。大豆有黄豆、黑豆两大类。经本草考证, 唐代《日华子本草》、明代《雷公药性赋》《本草逢原》《神农本草经疏》中认为“豆惟黑者入药”; 宋代苏颂的《本草图经》中记载“大豆有黑白二种, 黑者入药, 白者不用”。明代李时珍也认为应以黑豆入药。并且在一些地方炮制规范中, 均明确以黑豆为原料生产淡豆豉。《中国药典》(2015 年版)淡豆豉标准中没有明确规定到底用哪种大豆, 但性状描述为表面黑色, 为黑豆发酵品的颜色。因此, 建议标准中基原应明确为黑豆。鉴于黑豆药材已被收载于《中国药典》(2015 年版), 建议来源描述为: 本品为黑豆的发酵加工品。

目前, 淡豆豉的主要质量问题是以黑芸豆冒充黑豆投料。经过比对, 发现淡豆豉和黑芸豆可以从种脐

的性状进行区分,但这个特征没有在标准中体现出来。现将淡豆豉与发酵黑芸豆的来源、性状区别比较:黑豆为豆科大豆属,属于大豆类,富含蛋白质,种脐长椭圆形,约占总长的1/3,胚芽未发育成真叶;黑芸豆为豆科菜豆属,属于淀粉豆类,富含淀粉,豆仁白色,种脐近圆形或椭圆形,约占总长的1/6,胚芽已发育为真叶的雏形。鉴于种脐特征最明显,在实际检验检测中容易判断。因此,建议把种脐特征写入标准中。

按《中国药典》(2015年版)一部淡豆豉项下薄层鉴别方法进行试验,在硅胶G板上展开,紫外光(365 nm)下检视,淡豆豉和黑芸豆发酵品均与淡豆豉和青蒿对照药材相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。说明该薄层方法专属性不强,无法区分正伪品。并且试验发现,淡豆豉中的染料木素和大豆苷元在紫外光(365 nm)下不显示斑点,说明在紫外光(365 nm)下检视的不是大豆异黄酮类成分。将染料木素和大豆苷元在GF₂₅₄硅胶板上展开,置于紫外光(254 nm)下,则显示出荧光淬灭斑点。因此,通过改变薄层板和优化开剂比例,增加染料木素和大豆苷元为对照品,提高薄层鉴别方法的专属性。将展开剂由甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)改为甲苯-甲酸乙酯-甲酸(10:4:0.5),薄层板由硅胶G板改为硅胶GF₂₅₄,在紫外光(254 nm)下检视,淡豆豉在与染料木素和大豆苷元对照品、淡豆豉对照药材相应的位置上,显相同颜色的荧光淬灭斑点,伪品黑芸豆发酵品在与染料木素和大豆苷元对照品、淡豆豉对照药材相应的位置上,未显相同颜色的荧光淬灭斑点。试验结果显示,25批正品淡豆豉薄层斑点清晰可见,而10批伪品均未出现相应的薄层斑点,说明更改后的淡豆豉薄层方法专属性强,可用于鉴别正伪品。

鉴于淡豆豉在发酵的过程中,需要微生物参与。为了考察淡豆豉是否引入黄曲霉,进行了黄曲霉毒素B₁、黄曲霉毒素B₂、黄曲霉毒素G₁、黄曲霉毒素G₂测定。在测定的22批淡豆豉样品中,只有11批样品检出黄曲霉毒素B₁,并且结果均小于1 μg·kg⁻¹,低于《中国药典》(2015年版)中5 μg·kg⁻¹的限度。鉴于上述情况,建议暂不将黄曲霉毒素的检测纳入《中国药典》。

已有文献报道淡豆豉中异黄酮类成分的含量测定方法^[8-10],其中包括对淡豆豉中大豆苷、黄豆黄苷、染料木苷、黄豆苷元、黄豆黄素、染料木素6种异黄

酮类成分的测定。鉴于药品质量标准的建立,应以最低的检测成本,达到最有效质量控制的目的为原则。实验考察发酵前后黑豆中6种异黄酮类的含量变化,结果显示,发酵前的黑豆中结合型异黄酮大豆苷、染料木苷、黄豆黄苷的含量较高,游离型大豆苷元、染料木素、黄豆黄素的含量很低;发酵后,淡豆豉中结合型异黄酮大豆苷、染料木苷、黄豆黄苷的含量明显降低,游离型异黄酮大豆苷元、染料木素、黄豆黄素的含量明显增高。结合型异黄酮与游离型异黄酮成负相关。并且,3种游离型异黄酮成正相关,因此只对含量较高的2个异黄酮类成分大豆苷元、染料木素进行测定,就可以反映淡豆豉中的异黄酮类成分。实验还对黑芸豆发酵样品进行分析,发现10批黑芸豆发酵品仅4批次检出极微量的大豆苷元峰,其余黑芸豆发酵品中几乎不含大豆苷元、染料木素。因此,选定的含量测定指标大豆苷元、染料木素能够有效地鉴别伪品,有效地控制淡豆豉的质量。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:328.
- [2] 袁珊珊,于能江,赵毅民,等. 淡豆豉中的化学成分[J]. 中药材,2008,31(8):1172-1174.
- [3] 李娜,黄庆柏. 淡豆豉中的异黄酮成分及药理作用与临床应用[J]. 中国现代中药,2008,10(7):18-19.
- [4] 刘秀玉,王利丽,杨灏,等. 大豆加工品大豆黄卷和淡豆豉的质量评价[J]. 时珍国医国药,2019,30(2):341-345.
- [5] 柴川,崔小兵,单晨啸,等. 基于UFLC/Q-TOF-MS对不同产区淡豆豉药材的差异研究[J]. 中华中医药杂志,2015,30(2):590-593.
- [6] 王鹏娇,吴运莉,张敏,等. 21种不同产地中药淡豆豉中5种活性成分的对标[J]. 中国实验方剂学杂志,2014,20(19):64-67.
- [7] 柴川,周礼明,崔小兵,等. 基于液质联用技术对不同产地淡豆豉核苷和氨基酸类成分的分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(23):60-67.
- [8] 王欢欢,徐风华. HPLC同时测定豆豉片中5种有效成分含量[J]. 中国现代应用药学,2015,32(1):75-78.
- [9] 王鹏娇,吴运莉,张敏,等. 21种不同产地中药淡豆豉中5种活性成分的对标[J]. 中国实验方剂学杂志,2014,20(19):64-67.
- [10] 柴川,崔小兵,戴贞丽,等. 淡豆豉炮制前后异黄酮成分的测定及炮制工艺的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2014,20(12):72-76.