

附件 10：土鳖虫（地鳖）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定 草案公示稿

土鳖虫（地鳖）配方颗粒

Tubiechong(Dibie) Peifangkeli

【来源】 鳖蠊科昆虫地鳖 *Eupolyphaga sinensis* Walker 的雌虫干燥体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】 取土鳖虫（地鳖）饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.5%~22.0%），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】 本品为浅灰黄色至黄褐色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 20 ml，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。另取土鳖虫对照药材 3g，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。吸取供试品溶液 1 μ l，对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4：1：1：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.5%茚三酮乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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。

【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 同[含量测定]项。

参照物溶液的制备 取土鳖虫（地鳖）对照药材适量，约 0.1g，置于具塞水解管中，精密加入 6mol/L 盐酸溶液 10ml，150℃水解 3 小时，取出，放冷，用 6mol/L 盐酸溶液补足减失重量，混匀，滤过，精密移取滤液 5ml 至蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，作为土鳖虫（地鳖）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。

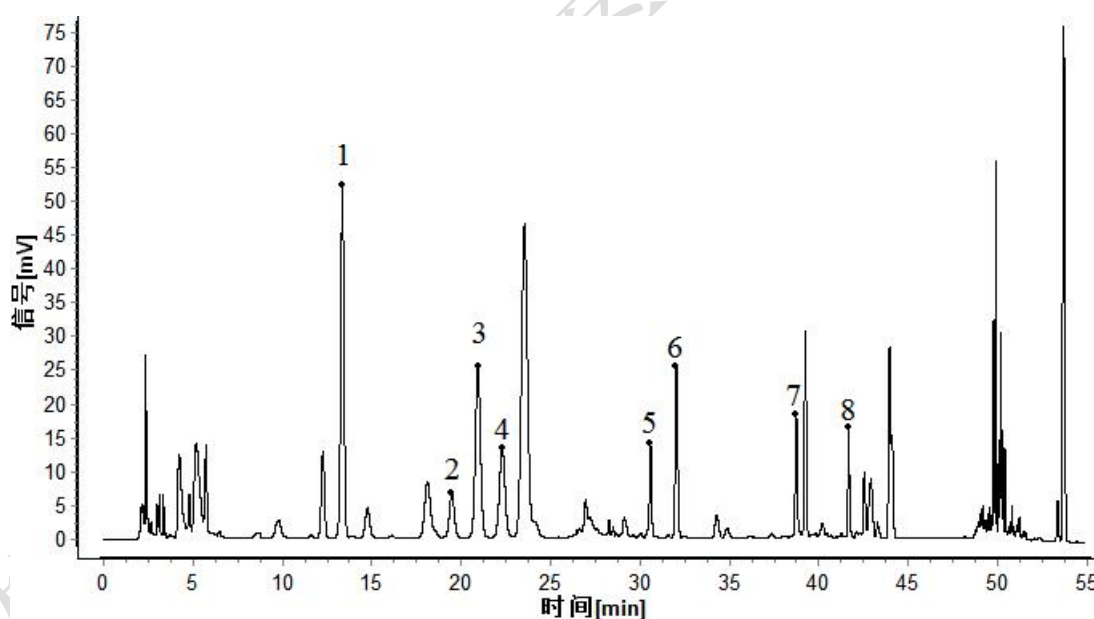
取甘氨酸对照品、苏氨酸对照品、酪氨酸对照品、缬氨酸对照品、异亮氨酸适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 各含 50 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同[含量测定]项。

精密量取上述参照物溶液和供试品溶液各 5ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液、1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时后，加 50%乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中 8 个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



峰 1：甘氨酸；峰 2：苏氨酸；峰 3：丙氨酸；峰 4：脯氨酸；

峰 5：酪氨酸；峰 6：缬氨酸；峰 7：异亮氨酸；峰 8：苯丙氨酸

土鳖虫（地鳖）配方颗粒对照特征图谱

色谱柱：Kromasil 100-5 C18

【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】 取本品约 2g，研细，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶

性浸出物测定法项下的热浸法（中国药典 2020 年版四部通则 2201）测定，不得少于 10.0%。

【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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以 0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）-乙腈（93:7）为流动相 A，以乙腈-水（4:1）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 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按丙氨酸峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~9	100→97	0→3
9~22	97	3
22~23	97→83	3→17
23~32	83→82	17→18
32~38	82→70	18→30
38~45	70→66	30→34
45~47	66→0	34→100
47~55	0	100

对照品溶液的制备 取丙氨酸对照品、脯氨酸对照品、苯丙氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含丙氨酸 50 μ g、脯氨酸 50 μ g、苯丙氨酸 25 μ g 的混合对照品溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置于氨基酸水解管中，精密加入 6mol/L 盐酸溶液 10ml，称定重量，150℃水解 3 小时，取出，放冷，再称定重量，用 6mol/L 盐酸溶液补足减失重量，混匀，滤过，精密量取滤液 5ml 至蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 2.5ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时后，加 50%乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，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 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含丙氨酸 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$) 应为 7.0mg/g~23.0mg/g、脯氨酸 ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$) 应为 5.0mg~14.0mg、苯丙氨酸 ($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_2$) 应为 2.5mg~7.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿