

附件 30：蝉蜕配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

蝉蜕配方颗粒

Chantui Peifangkeli

【来源】本品为蝉科昆虫黑蚱 *Cryptotympana pustulata* Fabricius 的若虫羽化时脱落的皮壳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】取蝉蜕饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2%~6%），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】本品为浅灰色至灰褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 1g，研细，加盐酸 10ml，加热回流 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。另取蝉蜕对照药材 0.5g，加水 30ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加盐酸 10ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：5）的上层液为展开剂，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，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】氨基酸 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】氨基酸类项。

参照物溶液的制备 取【含量测定】氨基酸项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。另取苏氨酸对照品、酪氨酸对照品、缬氨酸对照品、L-异亮氨酸对照品适量，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。

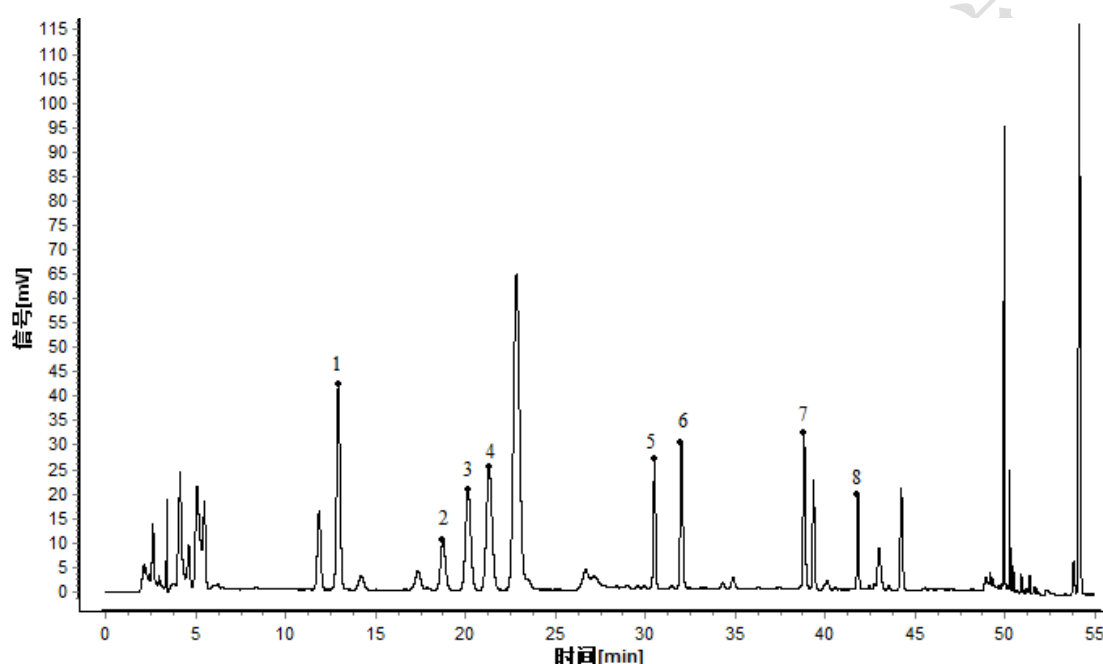
供试品溶液的制备 同【含量测定】氨基酸项。

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 2.5ml 和 1mol/L 三乙胺的乙腈溶液

2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时后，用 50%乙腈稀释至刻度，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参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品溶液色谱中应呈现 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，并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：L-异亮氨酸；峰 8：苯丙氨酸
蝉蜕配方颗粒对照特征图谱 1

参考色谱柱： 100-5 C18；250mm $\times$ 4.6mm，5 μ m

其他 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

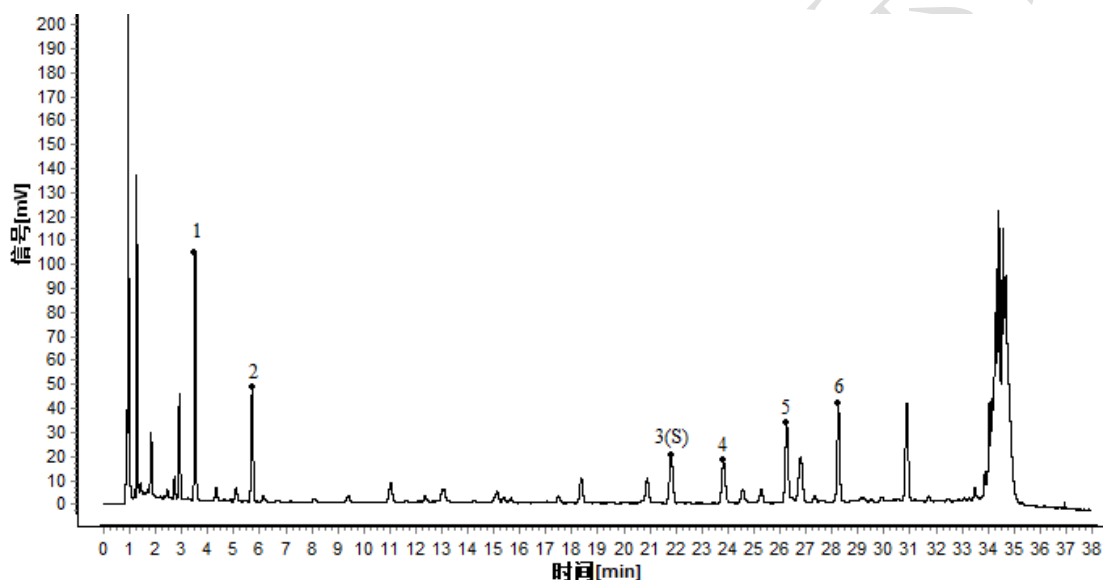
色谱条件与系统适用性试验 同乙酰多巴胺二聚体【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取蝉蜕对照药材 1g，加 70%甲醇 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液 25ml 置蒸发皿中，蒸干，残渣加 70%甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中，并用 70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品、乙酰多巴胺二聚体对照品适量，加 50%甲醇制成每 1ml 含原儿茶酸 20 μ g、原儿茶醛 10 μ g、乙酰多巴胺二聚体 15 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】乙酰多巴胺二聚体项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品溶液色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1~峰 3 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应，与乙酰多巴胺二聚体参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 4~峰 6 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：1.09（峰 4）、1.20（峰 5）、1.29（峰 6）。



峰 1：原儿茶酸；峰 2：原儿茶醛；峰 3（S）：乙酰多巴胺二聚体；
蝉蜕配方颗粒对照特征图谱 2

参考色谱柱：SB C18；2.1mm $\times$ 150mm，1.8 μ m

【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 5.0%。

【含量测定】氨基酸类 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；以乙腈-水（4:1）为流动相 A，以乙腈-0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）

的混合溶液（7：93）为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；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	0→3	100→97
9~22	3	97
22~23	3→17	97→83
23~32	17→18	83→82
32~38	18→30	82→70
38~45	30→34	70→66
45~47	34→100	66→0
47~55	100	0

对照品溶液的制备 取甘氨酸对照品、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 含甘氨酸 60μg、丙氨酸 50μg、脯氨酸 80μg、苯丙氨酸 25μg 的混合溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置于氨基酸水解管中，精密加入 6mol/L 盐酸溶液 15ml，密塞，称定重量，置于 150℃烘箱中水解 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，精密量取续滤液 10ml 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 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含甘氨酸（ $C_2H_5NO_2$ ）应为 2.3mg~10.7mg、丙氨酸（ $C_3H_7NO_2$ ）应为 1.5mg~9.5mg、脯氨酸（ $C_5H_9NO_2$ ）应为 3.7mg~15.2mg、苯丙氨酸（ $C_{10}H_{13}NO_2$ ）应为 0.8mg~4.8mg。

乙酰多巴胺二聚体 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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A；以 0.2%甲酸溶

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 0.35ml；检测波长为 280nm；柱温为 35℃；理论板数按乙酰多巴胺二聚体峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	6→8	94→92
7~10	8→11	92→89
10~22	11→15	89→85
22~32	15→23	85→87
32~35	23→90	87→10
35~38	90	10

对照品溶液的制备 取乙酰多巴胺二聚体对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 30μg 的溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，离心 5 分钟（转速 4000r/min），取上清液 25ml，置蒸发皿中，蒸干，残渣加 70%甲醇使溶解并转移至 5ml 容量瓶中，加 70%甲醇至刻度，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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含乙酰多巴胺二聚体（C₂₀H₂₂N₂O₆）应为 0.55mg~2.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.0g

【贮藏】 密封。