

附件 3：蚕沙配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

蚕沙配方颗粒

Cansha Peifangkeli

【来源】 本品为蚕蛾科昆虫家蚕*Bombyx mori* Linnaeus的干燥粪便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】 取蚕沙饮片5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为8%~18%），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】 本品为深黄棕色至黑褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.5g，加水20ml使溶解，用乙醚振摇提取3次，每次15ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取蚕沙对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至20ml，用乙醚振摇提取3次，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，吸取供试品溶液1 μ l、对照药材溶液5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-乙酸（9.5：0.25：0.25）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）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 同【含量测定】项。

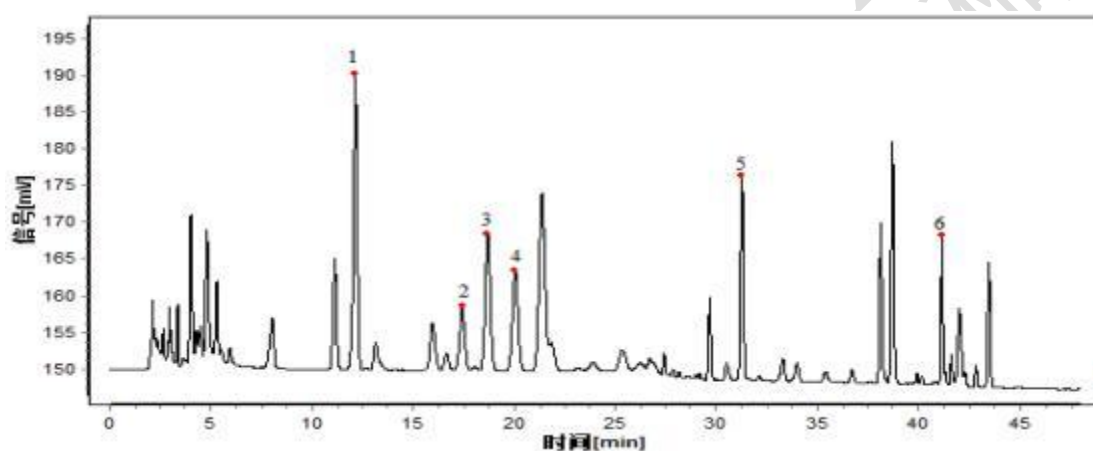
参照物溶液的制备 取蚕沙对照药材0.2g，置氨基酸水解管中，加6mol/L盐酸溶液10ml，密塞，150 $^{\circ}$ C水解3小时，放冷，摇匀，滤过，用水10ml分次洗涤氨基酸水解管和滤纸，滤过，合并滤液和洗液，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液使溶解，并转移至25ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照药材参照物溶液。另取【含量测定】项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取苏氨酸对照品、缬氨酸对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml含苏氨酸50 μ g、缬氨酸100 μ g的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

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, 振荡, 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。

供试品色谱中应呈现6个特征峰, 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, 且应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰1: 甘氨酸; 峰2: 苏氨酸; 峰3: 丙氨酸; 峰4: 脯氨酸; 峰5: 缬氨酸; 峰6: 苯丙氨酸

参考色谱柱: Kromasil 100-5 C18, 4.6mm \times 250mm, 5 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7.5%。

【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; 以乙腈-0.1mol/L醋酸钠溶液(用醋酸调节pH值至6.5)(7:93)的混合溶液为流动相A, 以乙腈-水(4:1)的混合溶液为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为35 $^{\circ}$ C; 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40 μ g、丙氨酸35 μ g、脯氨酸35 μ g、苯丙氨酸25 μ g的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置氨基酸水解管中，加6mol/L盐酸溶液10ml，密塞，150 $^{\circ}$ C水解3小时，放冷，滤过，用水10ml分次洗涤氨基酸水解管与滤纸，滤过，合并滤液和洗液，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液使溶解，并转移至25ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液与供试品溶液各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，用50%乙腈稀释至刻度，摇匀。精密量取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。

本品每1g含甘氨酸（C₂H₅NO₂）、丙氨酸（C₃H₇NO₂）、脯氨酸（C₅H₉NO₂）和苯丙氨酸（C₉H₁₁NO₂）的总量应为11.0mg~40.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g。

【贮藏】 密封。