

# 河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022068

## 土鳖虫（地鳖）配方颗粒

Tubiechong(Dibie)Peifangkeli

【来源】 本品为鳖蠊科昆虫地鳖*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20ml，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（地鳖）对照药材3g，加水50ml，加热回流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年版通则0502）试验，吸取供试品溶液1 $\mu$ l、对照药材溶液2 $\mu$ 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0.1g，加6mol/L盐酸溶液10ml，150℃水解3小时，滤过，取滤液5ml，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液25ml使溶解，滤过，取滤液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，再取甘氨酸对照品、苏氨酸对照品、酪氨酸对照品、缬氨酸对照品和异亮氨酸对照品，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml各含50 $\mu$ g的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

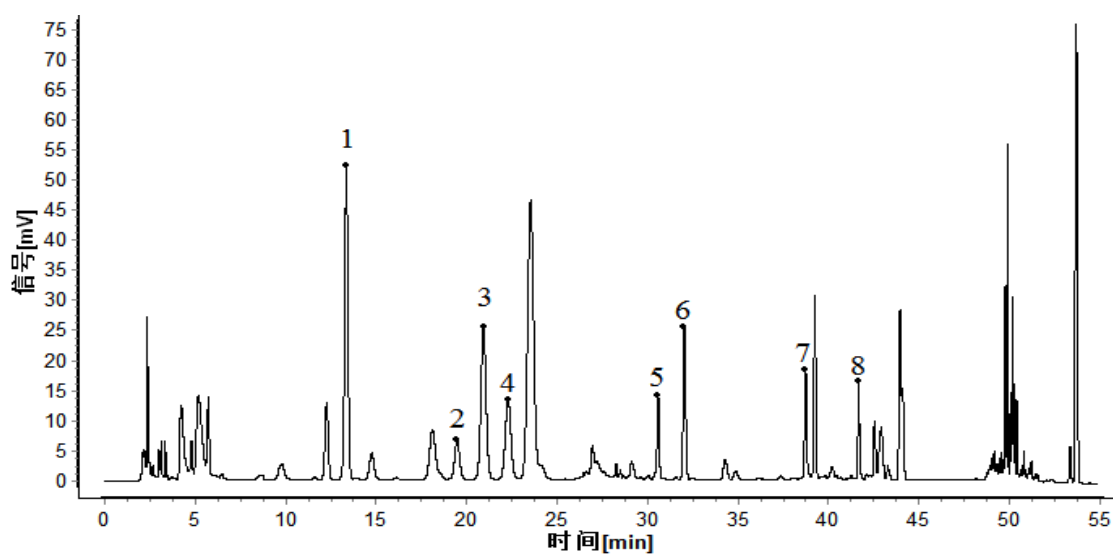
测定法 同〔含量测定〕项下方法处理，分别精密吸取衍生化后的参照物溶液与供试品溶液各5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现与对照药材参照物色谱相对应的 8 个特征峰，且应分别与相应

---

河北省药品监督管理局 发布 河北省药品医疗器械检验研究院 审定

对照品参照物峰的保留时间相对应。



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：酪氨酸；峰6：缬氨酸；峰7：异亮氨酸；峰8：苯丙氨酸

色谱柱 100-5 C<sub>18</sub>，4.6mm×250mm，5μm

**【检查】黄曲霉毒素** 照真菌毒素测定法（《中国药典》2020年版通则2351）测定。  
本品每1000g含黄曲霉毒素B<sub>1</sub>不得过5μg，黄曲霉毒素G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素B<sub>2</sub>和黄曲霉毒素B<sub>1</sub>的总量不得过10μg。

**其他** 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】** 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 5μm）；以乙腈-水（4：1）为流动相 A，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 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1ml；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** 取丙氨酸对照品、脯氨酸对照品和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50μg、脯氨酸50μg、苯丙氨酸25μg的溶液，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，置具塞水解管中，精密加入6mol/L盐酸溶液10ml，称定重量，150℃水解3小时，放冷，再称定重量，用6mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液使溶解，转移至25ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 精密量取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。

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含丙氨酸应为7.0mg~23.0mg，脯氨酸应为5.0mg~14.0mg，苯丙氨酸应为2.5mg~7.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g

**【贮藏】** 密封。