

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230122

鳖甲配方颗粒

Biejia Peifangkeli

【来源】 鳖科动物鳖 *Trionyx sinensis* Wiegmann. 的干燥背甲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】 取鳖甲饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.5%~7.0%），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】 本品为类白色至黄白色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加甲醇 5ml，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取鳖甲对照药材 3g，加水 70ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 5ml”起，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 2 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一 3%NaAc 硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4:1:1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，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。

【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 4.0%。

【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 取鳖甲对照药材适量，约 0.1g，置于具塞水解管中，加入 9mol/L

盐酸溶液 10ml, 150℃水解 3 小时, 取出, 放冷, 混匀, 滤过, 精密量取 5ml 滤液移蒸发皿中, 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, 作为鳖甲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。

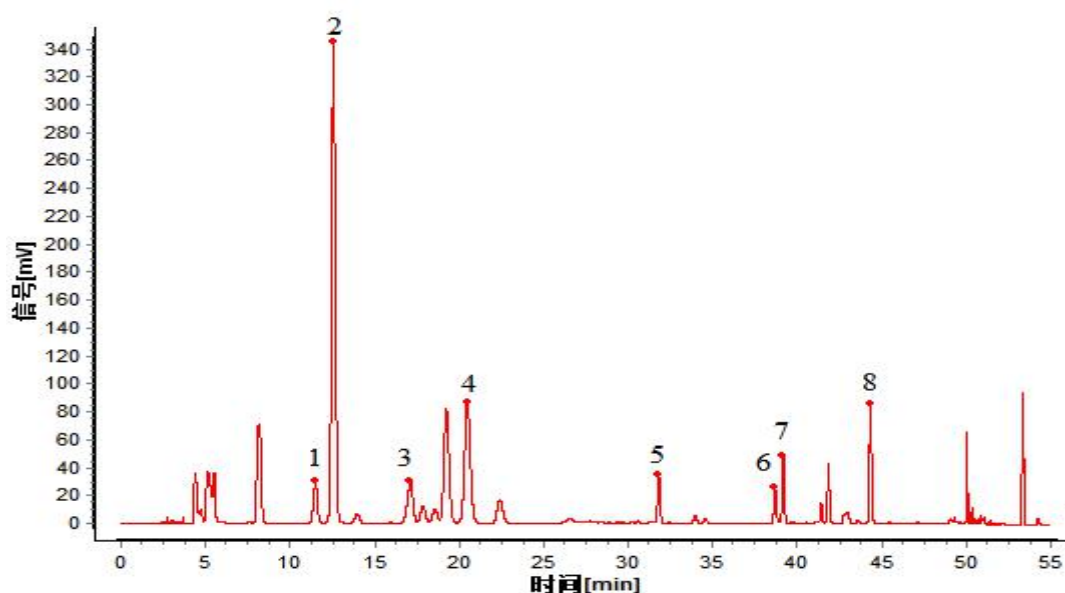
取丝氨酸对照品、精氨酸对照品、异亮氨酸对照品、亮氨酸对照品、L-赖氨酸适量, 精密称定, 加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 各含 50 μg 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

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 μl, 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, 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: 丝氨酸; 峰 2: 甘氨酸; 峰 3: 精氨酸; 峰 4: 脯氨酸;
峰 5: 缬氨酸; 峰 6: 异亮氨酸; 峰 7: 亮氨酸; 峰 8: L-赖氨酸

图 鳖甲配方颗粒对照特征图谱

色谱柱: Kromasil 100-5C18

【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 μm）；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 1.0ml；柱温为 30° C；检测波长为 254nm。理论板数按脯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、脯氨酸对照品、缬氨酸对照品对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含甘氨酸 540 μg、脯氨酸 320 μg、缬氨酸 70 μg 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，置于具塞水解管中，精密加入 9mol/L 盐酸溶液 10ml，称定重量，150°C 水解 3 小时，取出，放冷，再称定重量，用 9mol/L 盐酸溶液补足缺失重量，混匀，滤过，精密量取 5.0ml 滤液移蒸发皿中，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 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含甘氨酸(C₂H₅NO₂)应为 35.0mg~148.0mg、脯氨酸(C₅H₉NO₂)应为 20.0mg~79.0mg、缬氨酸(C₅H₁₁NO₂)应为 3.0mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。