

# 山西省药品监督管理局

## 中药配方颗粒标准（试行）

标准号：SXYPBZ ( PFKLSX ) -2026006

### 醋鳖甲配方颗粒

#### Cubiejia Peifangkeli

【来源】 本品为鳖科动物中华鳖 *Pelodiscus sinensis* (Wiegmann) 的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】 取醋鳖甲饮片 6000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 8.5~14.0%),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】 本品为黄白色至浅黄色的颗粒;气微腥,味微咸。

【鉴别】 (1)取本品 1g,研细,加甲醇 5ml,超声处理 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 2025 年版通则 0502)试验,吸取供试品溶液 6 $\mu$ l、对照药材溶液 8 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水(4:1:1:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在 105 $^{\circ}$ C 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。

(2)取本品适量,研细,取 0.1g,加 1%碳酸氢铵溶液 50ml,超声处理 30 分钟,用微孔滤膜滤过,取续滤液 1ml,置进样瓶中,加胰蛋白酶溶液 50 $\mu$ l(取序列分析用胰蛋白酶,加 1%碳酸氢铵溶液制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,临用时配制),摇匀,37 $^{\circ}$ C 恒温酶解 12 小时,作为供试品溶液。另取鳖源多肽 I 和鳖源多肽 II 对照品适量,精密称定,加 1%碳酸氢铵溶液制成每 1ml 含鳖源多肽 I 3 $\mu$ g 和鳖源多肽 II 6 $\mu$ g 的混合对照品溶液。照高效液相色谱法-质谱法(中国药典 2025 年版通则 0512 和通则 0431)试验,以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 100mm,内径为 2.1mm,粒径为 1.7 $\mu$ m~1.8 $\mu$ m);以乙腈为流动相 A,以 0.05%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。采用质谱检测器,电喷雾正离子模式(ESI+),进行多反应监测(MRM),选择质荷比( $m/z$ ) 784.90(双电荷) $\rightarrow$ 872.46、 $m/z$  784.90(双电荷) $\rightarrow$ 1028.55、 $m/z$  834.09(三电荷) $\rightarrow$ 743.38 和  $m/z$  834.09(三电荷) $\rightarrow$ 953.52 作为检测离子对。取上述混合对照品溶液,进样 2 $\mu$ l,上述检测离子对的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 3:1。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~2	8→9	92→91
2~14	9→10	91→90
14~25	10→17	90→83
25~26	17→80	83→20
26~28	80	20

吸取供试品溶液 2 μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比（m/z）784.90（双电荷）→872.46、m/z 784.90（双电荷）→1028.55、m/z 834.09（三电荷）→743.38 和 m/z 834.09（三电荷）→953.52 离子对提取的供试品离子流色谱中，应同时呈现与对照品色谱保留时间相一致的色谱峰。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2025 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 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，按下表梯度洗脱；柱温为 40° C；检测波长为 254nm。理论板数按脯氨酸峰计应不低于 4000。

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

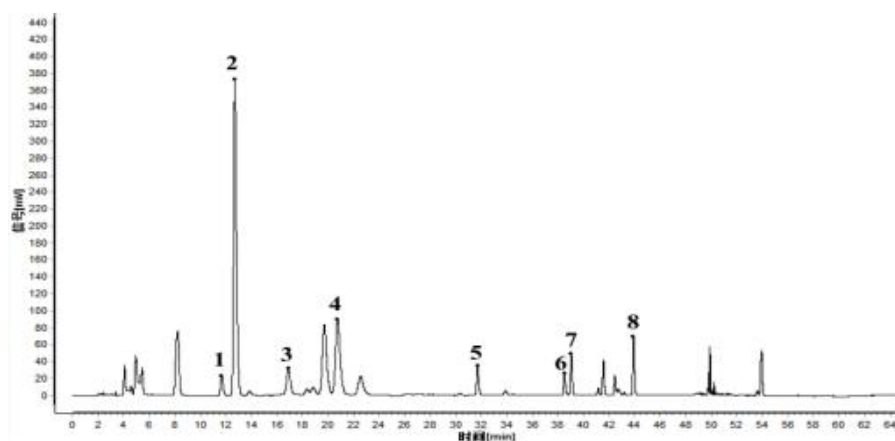
**参照物溶液的制备** 取鳖甲对照药材 0.1g，加 9mol/L 盐酸溶液 10ml，150℃水解 3 小时，取出，放冷，混匀，滤过，精密量取 5ml 滤液移蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，作为鳖甲对照药材参照物溶液。另取甘氨酸、脯氨酸、缬氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含甘氨酸 0.54mg、脯氨酸 0.32mg、缬氨酸 70 μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液 I。再取丝氨酸、精氨酸、异亮

氨酸、亮氨酸、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 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液 II。

**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 9mol/L 盐酸溶液 10ml，称定重量，置于 150℃烘箱中水解 3 小时，取出，放冷，用 9mol/L 盐酸补足减失重量，过滤，精密吸取续滤液 5ml 于蒸发皿中，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。

**测定法** 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。取上述溶液各 10ml，分别加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液各 5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中 8 个保留时间相对应的特征峰，峰 1~8 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

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

色谱柱：Kromasil 100-5C18（250mm $\times$ 4.6mm，5 $\mu$ m）

**【检查】** 应符合颗粒剂（中国药典 2025 年版通则 0104）项下有关的各项规定。

**【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 2025 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 5.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 2025 年版通则 0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 同〔特征图谱〕项。

**对照品溶液的制备** 同〔特征图谱〕项下的对照品参照物溶液 I。

**供试品溶液的制备** 同〔特征图谱〕项。

**测定法** 同〔特征图谱〕项。

本品每 1g 含甘氨酸 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$ ) 应为 102.0mg~180.0mg、脯氨酸 ( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$ ) 应为 53mg~99mg、缬氨酸 ( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2$ ) 应为 9.0mg~19.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

**【贮藏】** 密封。