

上海市药品监督管理局

上海市中药配方颗粒标准（试行）

SH-PFKL-2026022

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】（1）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，煮沸，保持微沸 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 2025 年版通则 0502）试验。吸取供试品溶液 1 μ l、对照药材溶液 2 μ 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。

（2）取本品 0.2g，研细，加 1%碳酸氢铵溶液 100ml，超声处理 15 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 μ 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℃恒温酶解 12 小时，作为供试品溶液。另取土鳖虫（地鳖）对照药材 0.1g，加 1%碳酸氢铵溶液 100ml，加热回流 30 分钟，放冷，自“用微孔滤膜滤过”起，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-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 μ m 或 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml。采用质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）415.72（双

电荷)→406.72 和 m/z 415.72 (双电荷)→667.34 作为检测离子对。取土鳖虫(地鳖)对照药材溶液,进样 1μl,按上述检测离子对测定的 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 (%)
0~3	3→5	97→95
3~15	5→18	95→82
15~16	18→80	82→20
16~19	80	20

吸取供试品溶液 1μl,注入高效液相色谱-质谱联用仪,测定。以质荷比(m/z) 415.72 (双电荷)→406.72 和 m/z 415.72 (双电荷)→667.34 离子对提取的供试品离子流色谱中,应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

【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 同(含量测定)项。

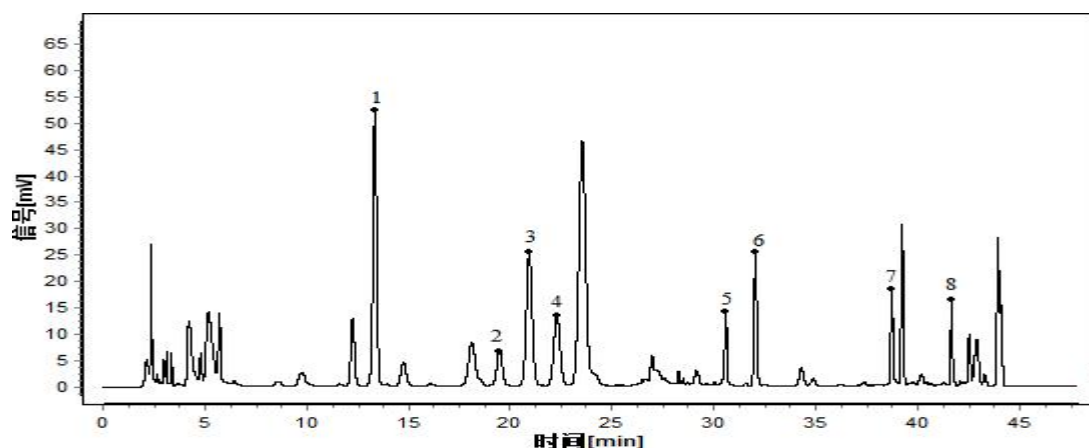
参照物溶液的制备 取土鳖虫(地鳖)对照药材 0.1g,置具塞水解管中,加 6mol/L 盐酸溶液 10ml,密塞,150℃水解 3 小时,放冷,摇匀,滤过,取续滤液 5ml,蒸干,残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml 使溶解,滤过,作为土鳖虫(地鳖)对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液,作为对照品参照物溶液。再取甘氨酸对照品、苏氨酸对照品、酪氨酸对照品、缬氨酸对照品、L-异亮氨酸对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 各含 50μg 的混合溶液,作为对照品参照物溶液。

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 5μl,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,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,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：酪氨酸；峰 6：缬氨酸；
峰 7：L-异亮氨酸；峰 8：苯丙氨酸

色谱柱：100-5 C18，250 mm×4.6mm，5μm

【检查】黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法（中国药典 2025 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5μg；含黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 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 2025 年版通则 0104）。

【浸出物】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，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 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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm）；以乙腈-0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）（7:93）为流动相 A，以乙腈-水（4:1）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℃；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

对照品溶液的制备 取丙氨酸对照品、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 含丙氨酸 50 μ g、脯氨酸 50 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 0.2g，精密称定，置具塞水解管中，精密加入 6mol/L 盐酸溶液 10ml，密塞，称定重量，150℃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，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含丙氨酸（C₃H₇NO₂）应为 7.0mg~23.0mg；含脯氨酸（C₅H₉NO₂）应为 5.0mg~14.0mg；含苯丙氨酸（C₉H₁₁NO₂）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。