

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

僵蚕配方颗粒

Jiangcan Peifangkeli

【来源】 本品为蚕蛾科昆虫家蚕*Bombyx mori* Linnaeus 4~5龄的幼虫感染（或人工接种）白僵菌*Beauveria bassiana*(Bals.)Vuillant而致死的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】 取僵蚕饮片3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为17%~27%），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棕色的颗粒；气腥，味淡、微咸。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取0.2g，加50%乙醇5ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取僵蚕对照药材1g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加50%乙醇5ml，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8 μ l、对照药材溶液3 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：5）的上层溶液为展开剂，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）取本品适量，研细，取0.5g，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500 μ l，置进样瓶中，加胰蛋白酶溶液300 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。另取僵蚕多肽I对照品、僵蚕多肽II对照品，加1%碳酸氢铵溶液制成每1ml各含2 μ g的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法-质谱法（中国药典2020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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.7~1.9 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱，流速为每分钟0.3ml。采用质谱检测器，电喷雾正离子模式（ESI+），进行多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）823（双电荷） \rightarrow 1070和m/z 823（双电荷） \rightarrow 1345作为僵蚕多肽I的检测离子对；质荷比（m/z）637（三电荷） \rightarrow 825和m/z 637（三电荷） \rightarrow 926作为僵蚕多肽II的检测离子对。取上述混合对照品溶液，进样5 μ l，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	97
3~8	3→5	97→95
8~10	5	95
10~18	5→7	95→93
18~19	7→90	93→10
19~21	90	10

吸取供试品溶液5 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比（m/z）823（双电荷） \rightarrow 1070、m/z 823（双电荷） \rightarrow 1345和质荷比（m/z）637（三电荷） \rightarrow 825、m/z 637（三电荷） \rightarrow 926离子对提取的供试品离子流色谱中，应同时呈现与相应对照品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。

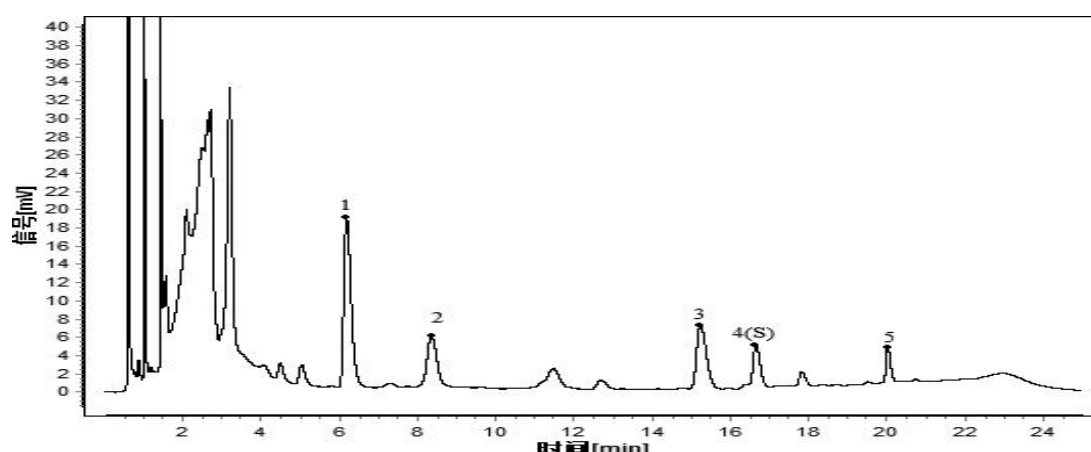
色谱条件与系统适用性试验 同[含量测定]项。

参照物溶液的制备 取僵蚕对照药材1g，加水50ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）1小时，置100℃水浴加热5分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取腺嘌呤对照品、鸟苷对照品、腺苷对照品，加10%甲醇制成每1ml含腺嘌呤10 μ g、鸟苷25 μ g、腺苷20 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。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应，其中峰1、峰2、峰4应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与腺苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3、峰5与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.92（峰3）、1.20（峰5）。



对照特征图谱

峰1：腺嘌呤；峰2：鸟苷；峰4（S）：腺苷；

参考色谱柱：Triart C18；2.1mm \times 100mm，1.9 μ m

【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B1不得过5 μ g；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10 μ g。

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】 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13.0%。

【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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.9 μ m）；以甲醇为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.35ml；柱温为40 $^{\circ}$ C；检测波长为260nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	0	100
5~12	0 \rightarrow 5	100 \rightarrow 95
12~20	5 \rightarrow 25	95 \rightarrow 75

对照品溶液的制备 取腺嘌呤对照品、腺苷对照品适量，精密称定，加10%乙醇溶液制成每1ml各含10 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0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入10%乙醇25ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用10%乙醇补足减失的重量，摇匀，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1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含腺嘌呤（C₅H₅N₅）和腺苷（C₁₀H₁₃N₅O₄）的总量应为0.4mg~2.4mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.0g。

【贮藏】 密封。