

ICS 11.120.10

CCS C23

# 团 体 标 准

T/SAQ XXXX—XXXX

## 蟾酥鲜浆质量要求

Quality requirements of Fresh Pulp of Bufo bufo gargarizans

(征求意见稿)



上海市质量协会  
SHANGHAI ASSOCIATION FOR QUALITY

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

上海市质量协会 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 技术要求 .....	1
4.1 性状 .....	1
4.2 技术指标 .....	1
5 试验方法 .....	1
5.1 鉴别 .....	2
5.2 华蟾酥毒基和脂蟾毒配基质量分数的测定 .....	2
5.3 水分的测定 .....	4
6 储存 .....	4



上海市质量协会  
SHANGHAI ASSOCIATION FOR QUALITY

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海市质量协会提出并归口。

本文件起草单位：上海和黄药业有限公司、……

本文件主要起草人：……

首期承诺执行单位：上海和黄药业有限公司、……



上海市质量协会  
SHANGHAI ASSOCIATION FOR QUALITY

# 蟾酥鲜浆质量要求

## 1 范围

本文件规定了蟾酥鲜浆的技术要求、试验方法以及储存。

本文件适用于蟾酥鲜浆的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国药典》 2020年版 （通则0832）

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**蟾酥鲜浆** Fresh pulp of *Bufo bufo gargarizans*

蟾蜍科动物中华大蟾蜍的分泌物浆液。

注：多于夏、秋二季捕捉蟾蜍，洗净，挤取耳后腺白色浆液。

### 3.2

**显色反应** Color reaction

在被测药物体系中加入某种试剂而呈现颜色的反应，也叫呈色反应。

注：显色反应在药物分析中常用于药物的鉴别、检查和含量测定。

### 3.3

**高效液相色谱法** HPLC

采用高压输液泵将规定的流动相泵入装有填充剂的色谱柱，对供试品进行分离测定的色谱方法。

## 4 技术要求

### 4.1 性状

4.1.1 呈乳白色或浅黄色半流动性液体，黏度大，微油亮。

4.1.2 气味腥，味初甜而后有持久的麻辣感。

4.1.3 以新鲜洁白、无杂质、油亮发光、黏性大为佳。

### 4.2 技术指标

蟾酥鲜浆应符合表1要求

表1 蟾酥鲜浆控制项目指标

项目	指标
华蟾酥毒基和脂蟾毒配基质量分数之和/%	≥1.6
水分/%	≤76.0

## 5 试验方法

**警告：**使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

## 5.1 鉴别

分别通过以下方法对蟾酥鲜浆进行鉴别确认：

- a) 取蟾酥鲜浆 0.1g，加纯净水 5mL，浸泡 1h，滤过，滤液加对二甲氨基苯甲醛固体少量，滴加硫酸数滴，即显紫色。
- b) 取蟾酥鲜浆 0.1g，加纯净水 15mL，震荡、搅拌捣碎至鲜浆均匀分散于水中呈乳白色，置分液漏斗中，加三氯甲烷 30mL，振摇提取 1 次，三氯甲烷提取液滤液蒸干，残渣加醋酐少量使溶解，滴加硫酸，初显蓝紫色，渐变为蓝绿色。
- c) 取蟾酥鲜浆适量，滴加碘试液，显黄色，不得显黑色、蓝色或黑褐色。

## 5.2 华蟾酥毒基和脂蟾毒配基质量分数的测定

### 5.2.1 方法提要

试样经过纯净水和甲醇处理后，以乙腈和0.1%磷酸水为流动相，使用以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的不锈钢柱和紫外检测器，在波长296nm下，对试样中的华蟾酥毒基和脂蟾毒配基进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 5.2.2 试剂或材料

- 5.2.2.1 甲醇：分析纯。
- 5.2.2.2 华蟾酥毒基标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.2.2.3 脂蟾毒配基标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.2.2.4 纯净水。
- 5.2.2.5 乙腈：色谱纯。
- 5.2.2.6 磷酸：色谱纯。

### 5.2.3 仪器

- 5.2.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
- 5.2.3.2 色谱数据处理机或工作站。
- 5.2.3.3 色谱柱：250mm\*4.6mm(i.d.)不锈钢柱，内装十八烷基硅烷键合硅胶、5 $\mu$ m 填充物（或同等效果的色谱柱）。
- 5.2.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 $\mu$ m。
- 5.2.3.5 定量进样管：10 $\mu$ L。
- 5.2.3.6 超声波清洗器。
- 5.2.3.7 离心机。
- 5.2.3.8 震荡仪。

### 5.2.4 高效液相色谱条件

- 5.2.4.1 流动相：乙腈-0.1%磷酸=50: 50，经滤膜过滤，并进行脱气。
- 5.2.4.2 流速：1mL/min。
- 5.2.4.3 柱温：30 $^{\circ}$ C（温度变化不应大于 2 $^{\circ}$ C）。
- 5.2.4.4 检测波长：296nm。
- 5.2.4.5 进样体积：10 $\mu$ L。
- 5.2.4.6 保留时间：华蟾酥毒基约 10.5min，脂蟾毒配基约 12min。
- 5.2.4.7 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的华蟾酥毒基和脂蟾毒配基高效液相色谱图和蟾酥鲜浆样品高效液相色谱图见图 1。

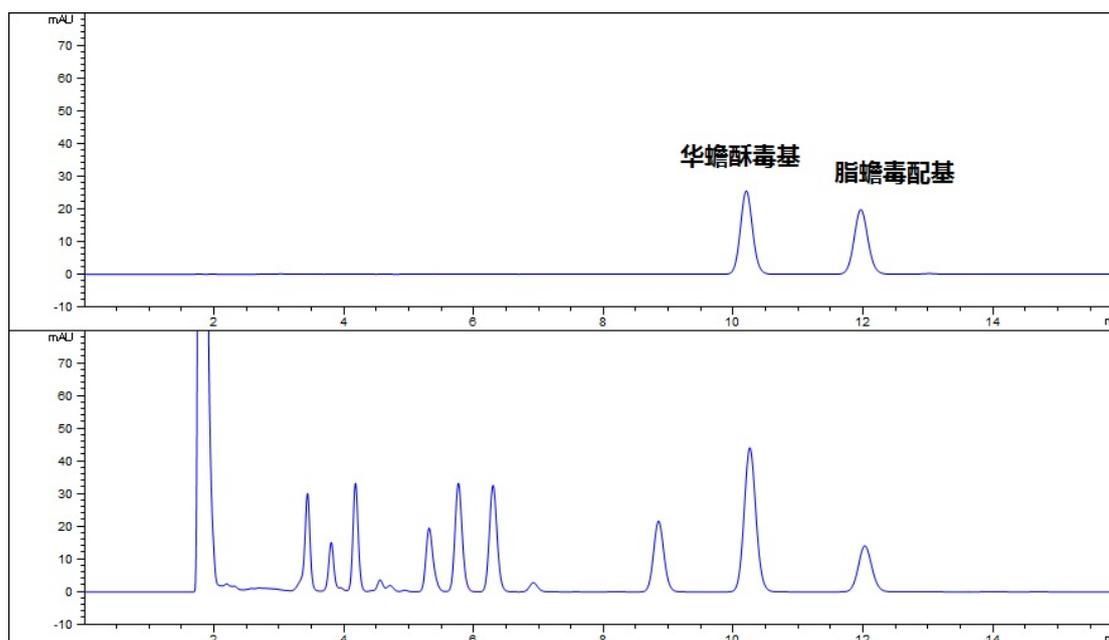


图1 华蟾酥毒基和脂蟾毒配基及蟾酥鲜浆样品高效液相色谱图

## 5.2.5 试验步骤

### 5.2.5.1 标样溶液的制备

称取华蟾酥毒基对照品、脂蟾毒配基对照品各0.012g(精确至0.0001g)于250mL容量瓶中，加入甲醇90mL，超声波震荡10min使之溶解，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。

### 5.2.5.2 试样溶液的制备

5.2.5.2.1 称取0.1g(精确至0.0001g)蟾酥鲜浆试样均匀薄涂于50mL离心管底部壁。

5.2.5.2.2 精密加入纯净水5mL，震荡至鲜浆均匀分布于水中呈乳白色，无结块。

5.2.5.2.3 精密加入甲醇20mL。

5.2.5.2.4 超声处理10min，放冷。

5.2.5.2.5 转移至25mL容量瓶中，用甲醇定容。

5.2.5.2.6 吸取上清液2mL置于2mL离心管中，置离心机中10000rpm离心10min。

5.2.5.2.7 吸取上清液过滤膜，取续滤液。

### 5.2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针华蟾酥毒基和脂蟾毒配基的峰面积相对变化小于1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

## 5.2.6 试验数据处理

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中华蟾酥毒基、脂蟾毒配基的峰面积分别进行平均，试样中华蟾酥毒基、脂蟾毒配基质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$\omega_1$ —试样中华蟾酥毒基或者脂蟾毒配基质量分数，以%表示。

$A_2$  — 试样溶液中，华蟾酥毒基或者脂蟾毒配基的峰面积的平均值。

$m_1$  — 华蟾酥毒基标样或者脂蟾毒配基标样的质量，单位(g)。

$\omega$  — 标样中华蟾酥毒基或者脂蟾毒配基的质量分数，以(%)

$m_2$  — 试样的质量，单位(g)。

T/SAQ XXXX—XXXX

### 5.3 水分的测定

按《中华人民共和国药典》2020年版（通则0832）进行。

### 6 储存

蟾酥鲜浆应冷冻保存。

