

# 广西壮族自治区 中药配方颗粒质量标准

DYB45-PFKLxxxx-2024

## 鹿角胶（马鹿）配方颗粒（公示稿）

Lujiaojiao(Malu) Peifangkeli

【来源】 本品为鹿科动物马鹿 *Cervus elaphus* Linnaeus 已骨化的角或锯茸后翌年春季脱落的角基经水煎煮、浓缩制成的固体胶再按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取鹿角胶（马鹿）饮片 1000g，加水煎煮烊化，滤过，即得清膏（干浸膏出膏率为 83.0%~92.0%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取 0.5g，加入 70%乙醇 15ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取鹿角胶对照药材 0.5g，加入 70%乙醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为对照药材溶液。再取甘氨酸对照品，加水制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 4 $\mu$ 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 0.2%茚三酮乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品适量，研细，取约 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 500 $\mu$ l，转移至离心管中，加胰蛋白酶溶液 500 $\mu$ 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 0.1mg 的溶液，临用时配制），摇匀，超声酶解（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，取上清液，作为供试品溶液。另取鹿角胶对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 $\mu$ 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；柱温为 40 $^{\circ}$ C。采用质谱检测器，电喷雾离子化模式（ESI）正离子模式下，进行多反应监测（MRM），选择质荷比（ $m/z$ ）765.4（双电荷） $\rightarrow$ 554.0 和  $m/z$ 765.4（双电荷） $\rightarrow$ 733.0、质荷比（ $m/z$ ）850.4（三电荷） $\rightarrow$ 515.4 和  $m/z$ 850.4（三电荷） $\rightarrow$ 656.2、质荷比（ $m/z$ ）845.0（三电荷） $\rightarrow$ 507.3 和  $m/z$ 845.0（三电荷） $\rightarrow$ 535.9 作为检测离子对。取鹿角胶对照药材溶液，进样 5 $\mu$ 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（%）
0~5	10 $\rightarrow$ 90	90 $\rightarrow$ 10

## 广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

吸取供试品溶液 5 $\mu$ l, 注入高效液相色谱-质谱联用仪, 测定。以质荷比 ( $m/z$ ) 765.4 (双电荷)  $\rightarrow$  554.0 和  $m/z$  765.4 (双电荷)  $\rightarrow$  733.0、质荷比 ( $m/z$ ) 850.4 (三电荷)  $\rightarrow$  515.4 和  $m/z$  850.4 (三电荷)  $\rightarrow$  656.2、质荷比 ( $m/z$ ) 845.0 (三电荷)  $\rightarrow$  507.3 和  $m/z$  845.0 (三电荷)  $\rightarrow$  535.9 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。计算质荷比 ( $m/z$ ) 850.4 (三电荷)  $\rightarrow$  515.4 离子对与质荷比 ( $m/z$ ) 845.0 (三电荷)  $\rightarrow$  507.3 离子对的相对峰面积, 其相对峰面积应不得小于 3.0。

【特征图谱】 照高效液相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。

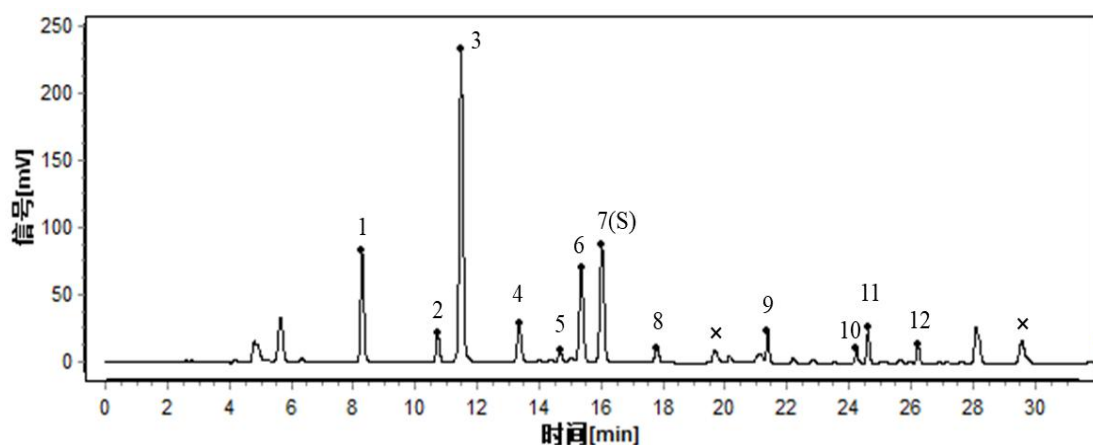
色谱条件与系统适用性试验 同 (含量测定) 项。

参照物溶液的制备 取鹿角胶对照药材 0.25g, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml, 密塞, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀。照供试品溶液的制备项下的方法, 自“精密量取 2ml”起同法操作, 作为对照药材参照物溶液。另取 (含量测定) 项下的衍生化后的对照品溶液, 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 5 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1、峰 3、峰 6、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与 L-脯氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算特征峰 2、峰 4、峰 5、峰 8~峰 12 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: 0.64 (峰 2)、0.82 (峰 4)、0.90 (峰 5)、1.10 (峰 8)、1.40 (峰 9)、1.61 (峰 10)、1.64 (峰 11)、1.76 (峰 12)。



对照特征图谱

峰 1: L-羟脯氨酸; 峰 2: 丝氨酸; 峰 3: 甘氨酸; 峰 5: 苏氨酸;  
峰 6: 丙氨酸; 峰 7 (S): L-脯氨酸; 峰 11: 亮氨酸; ×: 衍生化试剂  
参考色谱柱: 100-5-C18, 4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 $\mu$ m

【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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 照醇溶

## 广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

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 12.0%。

【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；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）的混合溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 43℃；检测波长为 254nm。理论板数按 L-羟脯氨酸峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~11	100→93	0→7
11~13.9	93→88	7→12
13.9~14	88→85	12→15
14~29	85→66	15→34
29~30	66→0	34→100

对照品溶液的制备 取 L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品、L-脯氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含 L-羟脯氨酸 70μg、甘氨酸 0.14mg、丙氨酸 60μg、L-脯氨酸 70μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.1mol/L 盐酸溶液 15ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 0.1mol/L 盐酸溶液补足减失的重量，摇匀。精密量取 2ml，置 5ml 安瓿瓶中，加盐酸 2ml，在 150℃水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中，用 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，用 10%乙腈稀释至刻度，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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 L-羟脯氨酸（C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>）应为 50.0mg~90.0mg，含甘氨酸（C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>）应为 100.0mg~180.0mg，含丙氨酸（C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>）应为 45.0mg~85.0mg，含 L-脯氨酸（C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>）应为 60.0mg~110.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g

【贮藏】 密封。