

河北省药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022113

鹿角（马鹿）配方颗粒

Lujiao (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】取鹿角（马鹿）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.5%~25.0%），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】本品为类白色至淡黄色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 3g，研细，加 70%乙醇 30ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取丙氨酸对照品、甘氨酸对照品，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 各含 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，吸取供试品溶液 20 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 检测波长为 254nm；其余同〔含量测定〕项。

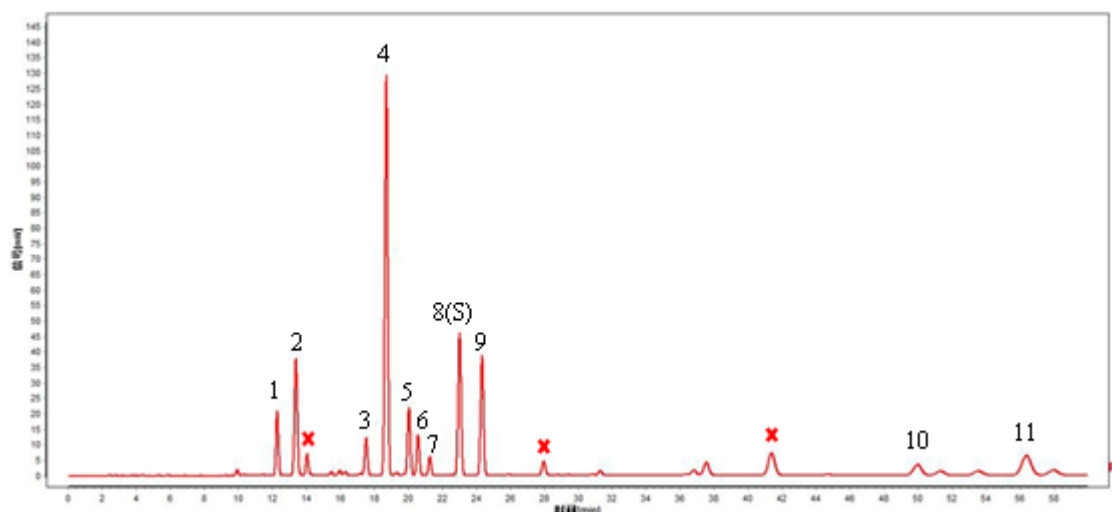
参照物溶液的制备 取鹿角（马鹿）对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液浓缩至近干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml 溶解，照供试品溶液的制备项下的方法，自“精密量取 2ml”起同法操作，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取衍生化后的参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 11 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保

留时间相对应，其中峰 2、峰 4、峰 8、峰 9 应分别与 L-羟脯氨酸、甘氨酸、L-脯氨酸、丙氨酸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，计算峰 1、峰 3、峰 5~峰 7、峰 10、峰 11 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：0.53（峰 1）、0.76（峰 3）、0.87（峰 5）、0.89（峰 6）、0.92（峰 7）、2.17（峰 10）、2.45（峰 11）。



对照特征图谱

峰 1：精氨酸 峰 2：L-羟脯氨酸 峰 3：丝氨酸 峰 4：甘氨酸 峰 5：谷氨酸
峰 6：天门冬氨酸 峰 7：苏氨酸 峰 8（S）：L-脯氨酸 峰 9：丙氨酸
峰 10：亮氨酸 峰 11：赖氨酸 ×：衍生化试剂

【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 3g，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 1.2%。

【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；以乙腈为流动相 A，以 0.02%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 244nm。理论板数按 L-脯氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	12→35	88→65
25~45	35	65
45~60	35→36	65→64

对照品溶液的制备 取 L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、L-脯氨酸对照品、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 L-羟脯氨酸 80μg、甘氨酸 0.14mg、L-脯氨酸 80μg、丙氨酸 60μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 37kHz）15 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，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 10ml 西林瓶中，加盐酸 1ml，150℃水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤西林瓶，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，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 2ml，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 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（ $C_5H_9NO_3$ ）应为 60.0mg～200.0mg，含甘氨酸（ $C_5H_5NO_2$ ）应为 115.0mg～300.0mg，含 L-脯氨酸（ $C_5H_9NO_2$ ）应为 60.0mg～200.0mg，含丙氨酸（ $C_3H_7NO_2$ ）应为 45.0mg～150.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。