

陕西省药品监督管理局

陕西省中药配方颗粒标准

SXPFL-2026001

水牛角配方颗粒

Shuiniujiao Peifangkeli

【来源】 本品为牛科动物水牛 *Bubalus bubalis* Linnaeus 的角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】 取水牛角饮片 12500g，加水煎煮，滤过，合并滤液，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.5%~3.5%），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】 本品为灰白色至浅黄色的颗粒，气微腥，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加 70%乙醇 20ml 超声 30 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取水牛角对照药材 2g，加水 40ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 2ml 超声使溶解，作为对照药材溶液。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 4~10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰乙酸-水（3：1：1）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 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。

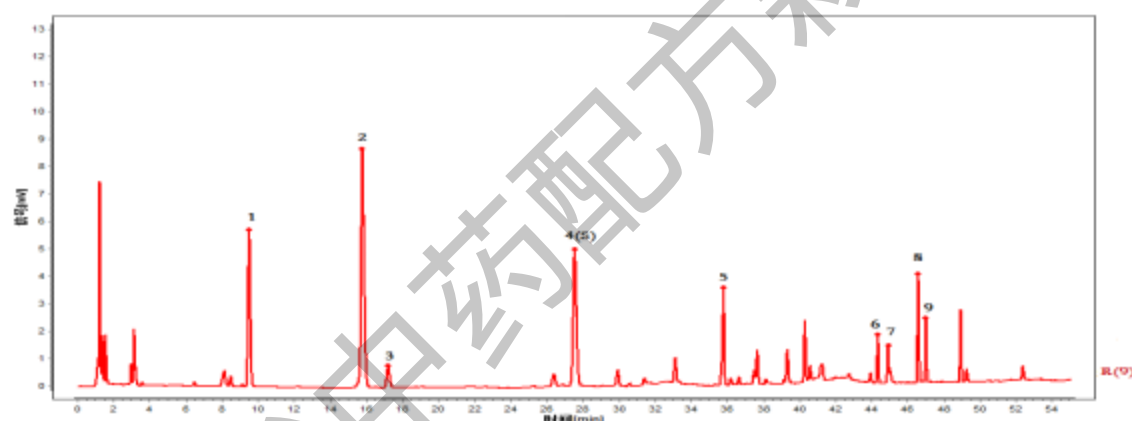
参照物溶液的制备 取水牛角对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加 25%甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药

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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，采用邻苯二甲醛（OPA）溶液计算机模拟柱前衍生化测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 4 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与丙氨酸对照品参照物峰相应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 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：0.36（峰 1）、0.63（峰 3）、1.30（峰 5）、1.61（峰 6）、1.63（峰 7）、1.69（峰 8）、1.71（峰 9）。



峰 2：甘氨酸；峰 4（S）：丙氨酸

色谱柱：InfinityLab Poroshell 120 EC-C18，3.0mm $\times$ 150mm，2.7 μ m

【检查】 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 8.0%。

【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（InfinityLab Poroshell 120 EC-C18 3.0mm $\times$ 150mm，2.7 μ m；或效能相当的色谱柱）；以乙腈-甲醇

-100mmol/L 乙酸钠水溶液（用 2%冰乙酸调 pH 至 7.2）（7：9：4）为流动相 A，以四氢呋喃-11mmol/L 乙酸钠水溶液（每 1ml 加入 0.2μl 三乙胺溶液，混匀，用 2%冰乙酸调 pH 至 7.2）（3：500）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.5ml；柱温为 20℃；检测波长为 334nm。理论板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	2→10	98→90
10~21	10→11	90→89
21~55	11→70	89→30

对照品溶液的制备 取甘氨酸、丙氨酸对照品适量，精密称定，加 25%甲醇制成每 1ml 各含 16μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液制备 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 25%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 25%甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤，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 1μl，注入液相色谱仪，采用邻苯二甲醛（OPA）溶液计算机模拟柱前衍生化测定甘氨酸和丙氨酸的总量，即得。

本品每 1g 含甘氨酸($C_2H_5NO_2$)和丙氨酸($C_3H_7NO_2$)的总量应为 0.40mg~5.00mg。

注：0.4mol/L 硼酸盐缓冲液（pH10.2）：取硼酸，配制成 0.4mol/L 的溶液，用 40%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 10.2，即得（本液需冷藏）。

邻苯二甲醛（OPA）溶液：取邻苯二甲醛，溶解于 0.4mol/L 硼酸盐缓冲液-乙腈-3-巯基丙酸混合溶液（7：1：0.125）中，配制成每 1ml 含 10mg 的溶液。

柱前衍生化反应：供试品溶液和对照品溶液在 pH10.2 的硼酸盐缓冲液中与邻苯二甲醛（OPA）溶液反应衍生。

柱前衍生化程序（瓶 1~瓶 3 分别为 OPA 溶液、水、硼酸盐缓冲液）：从瓶 3 吸取 2.5 μ l（硼酸盐缓冲液）；吸取样品 1 μ l；从瓶 2 吸取 0 μ l（水，清洗针头）；“在空气中”混合 3.5 μ l，5 次；等待 0.2min；从瓶 1 吸取 0.5 μ l（OPA 溶液）；从瓶 2 吸取 0 μ l（水，清洗针头）；“在空气中”混合 4 μ l，10 次；等待 0.2min；进样。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

陕西省中药配方颗粒标准