

羚羊角国家药品标准拟修订草案（拟修订部分）公示稿

羚羊角

饮片

【炮制】 羚羊角粉 取羚羊角，砸碎，粉碎成细粉。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末；气微腥，味淡。

【鉴别】

(2) 取本品 10mg，加变性缓冲液（取盐酸胍 573.1g，三羟甲基氨基甲烷 121.1g，乙二胺四乙酸 0.734g，加水溶解后，加盐酸调 pH 至 8.0，用水稀释至 1000ml，摇匀，即得）10ml 和 0.5mol/L 1,4-二硫代-DL-苏糖醇溶液（临用新制）1ml，摇匀，置 90℃ 处理 6 小时，取出放冷至室温，静置，吸取上清液 500 μl，加入 0.55mol/L 碘乙酰胺溶液（临用新制）100 μl，混匀，避光反应 30 分钟，加 1% 碳酸氢铵溶液定容至 5ml，混匀。加胰蛋白酶溶液（取序列分析级胰蛋白酶，加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1 μl 中含 1 μg 的溶液，临用新制）20 μl，摇匀，37℃ 恒温酶解 12 小时，放冷，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。另取羚羊角对照药材 10mg，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-质谱法（通则 0512 和通则 0431）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱内径为 2.1mm）；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<sup>+</sup>），进行多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）697.7（三电荷）→1021.5 和 m/z 697.7（三电荷）→1181.5 作为检测离子对。取羚羊角对照药材溶液，进样 5 μl，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	5	95
3~8	5→50	95→50

吸取供试品溶液 5 μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比（m/z）697.7（三电荷）→1021.5 和 m/z 697.7（三电荷）→1181.5 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。

【检查】 水分 不得过 9.0%（通则 0832 第三法）。

【含量测定】 总氮量 取本品约 0.2g，精密称定，照氮测定法（通则 0704 第一法）测定，即得。

本品按干燥品计算，含总氮（N）不得少于 9.0%。

起草说明：羚羊角粉饮片修订性状项，增订高效液相色谱-质谱鉴别项、水分检查项、总氮含量测定项。

起草单位：山东省食品药品检验研究院

复核单位：青岛市食品药品检验研究院

起草单位主要联系人：焦阳 尹雪 0531-81216523