

木鳖子仁配方颗粒

Mubieziren Peifangkeli

【来源】 本品为葫芦科植物木鳖 *Momordica cochinchinensis*(Lour.) Spreng. 的干燥成熟种子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】 取木鳖子仁 6600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7%~10%），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】 本品为近白色至灰白色的颗粒；有特殊的油腻气，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加水 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液加 15ml 水饱和正丁醇振摇提取，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取木鳖子对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5~10 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以乙酸乙酯-无水乙醇-水-冰醋酸（8：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	0	100
1~2	0 \rightarrow 2	100 \rightarrow 98
2~15	2 \rightarrow 8	98 \rightarrow 92
15~25	8 \rightarrow 15	92 \rightarrow 85

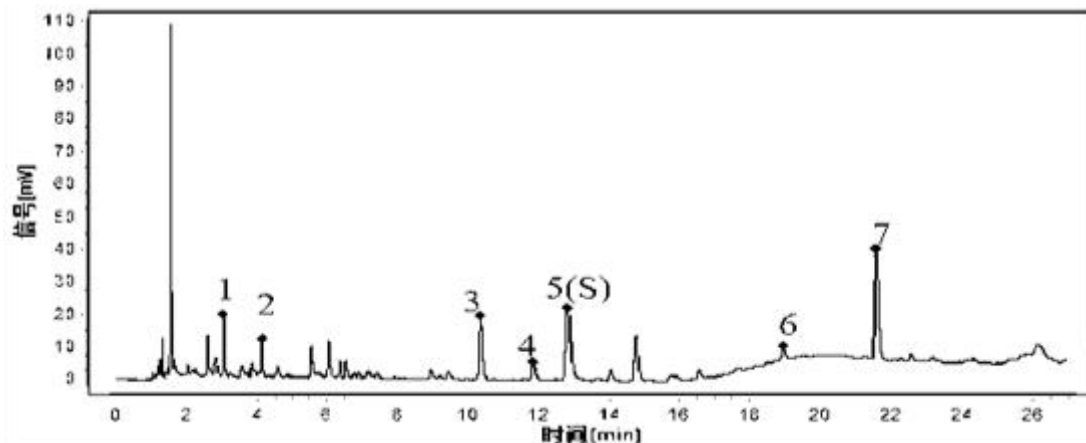
参照物溶液的制备 取木鳖子对照药材 1g，加水 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕对羟基苯甲酸项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕对羟基苯甲酸项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 8 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

广东省中药配方颗粒质量标准

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 5 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与对羟基苯甲酸参照物峰相对应的峰为 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: 0.24 (峰 1)、0.32 (峰 2)、0.81 (峰 3)、0.93 (峰 4)、1.48 (峰 6)、1.68 (峰 7)。



对照特征图谱

峰 5 (S): 对羟基苯甲酸

参考色谱柱: BEH Shield RP18, 2.1mm \times 150mm, 1.7 μ 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 50ml, 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 9.0%。

【含量测定】 对羟基苯甲酸 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 (柱长为 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.7 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1%甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.4ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 254nm。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 10000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	5	95
5~15	5 \rightarrow 10	95 \rightarrow 90
15~16	10	90

对照品溶液的制备 取对羟基苯甲酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液, 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, 精密加入水 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 700W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 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 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

广东省中药配方颗粒质量标准

本品每 1g 含对羟基苯甲酸 ($C_7H_6O_3$) 应为 0.15mg~0.70mg。

丝石竹皂苷元 3-*O*- β -D 葡萄糖醛酸甲酯 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-0.4%磷酸溶液 (70:30) 为流动相; 检测波长为 203nm。理论板数按丝石竹皂苷元 3-*O*- β -D 葡萄糖醛酸甲酯峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取丝石竹皂苷元 3-*O*- β -D 葡萄糖醛酸甲酯对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 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, 加 60%甲醇 50ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 滤过, 滤液蒸干。残渣加水 10ml 使溶解并转移至具塞试管中, 加硫酸 0.6ml, 摇匀。置沸水浴中加热 2 小时, 取出, 放冷, 离心, 弃去滤液, 残渣加甲醇 8ml 使溶解, 转移至 10ml 量瓶中, 加硫酸 1 滴使溶液 pH 值至 2, 摇匀, 50℃水浴中放置 1 小时, 取出, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含丝石竹皂苷元 3-*O*- β -D 葡萄糖醛酸甲酯 ($C_{37}H_{56}O_{10}$) 应为 2.5mg~8.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.6g

【贮藏】 密封。