

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】 取木鳖子仁饮片 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 1g，研细，加水 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液用水饱和的正丁醇 15ml 振摇提取，分取正丁醇液，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 3g，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 5~10μl，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℃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的位置上，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 1.7μm）；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℃；检测波长为 254nm。理论板数按 4-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→2	100→98
2~15	2→8	98→92
15~25	8→15	92→85
25~27	15→0	85→100

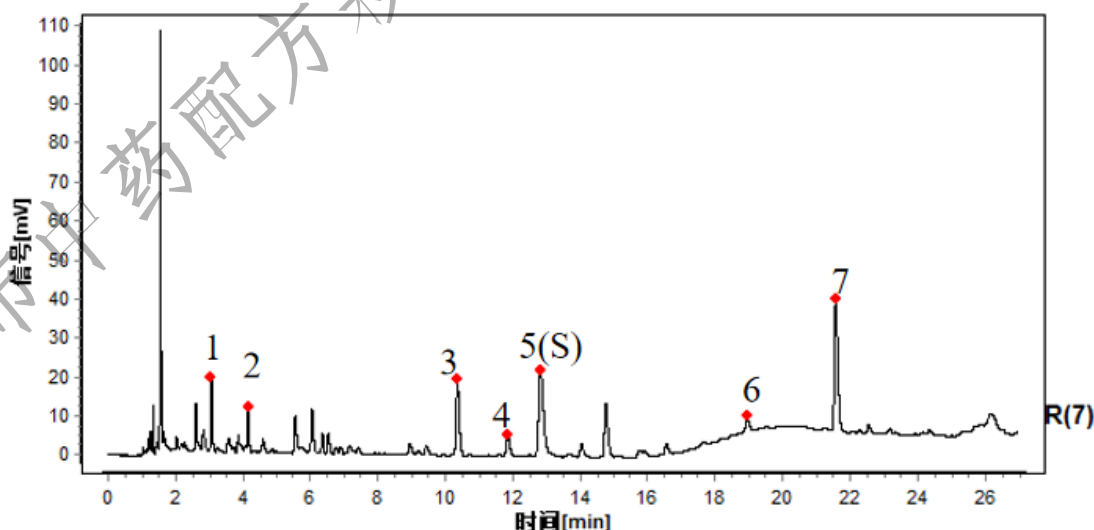
参照物溶液的制备 取木鳖子对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取〔含量测定〕4-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** 取本品适量，研细，取0.2g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，超声处理（功率500W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各5 $\mu$ l，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，与4-羟基苯甲酸对照品参照物峰相对应的峰为S峰，计算各特征峰与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）：4-羟基苯甲酸

色谱柱：BEH Shield RP18，2.1mm $\times$ 150mm，1.7 $\mu$ 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】**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，用乙醇作溶剂，不得少于9.0%。

**【含量测定】4-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 $\mu$ m)；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 35℃；检测波长为 254nm。理论板数按 4-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→10	95→90
15~16	10	90
16~17	10→5	90→95
17~20	5	95

对照品溶液的制备 取 4-羟基苯甲酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 2 $\mu$ 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，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，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 $\mu$ l，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 4-羟基苯甲酸（C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>）应为 0.15mg~0.70mg。

丝石竹皂苷元 3-O- $\beta$ -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- $\beta$ -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- $\beta$ -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，置锥形瓶中，加 60%甲醇 50ml，加热回流 1 小时，滤过，用 60%甲醇洗涤滤器，洗液并入滤液中，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，塞紧。置沸水浴中加热 2 小时，取出，放冷，离心（每分钟 4000 转）10 分钟，

弃去上清液，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，加甲醇稀释至刻度，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 $\mu$ 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*- $\beta$ -D 葡萄糖醛酸甲酯（C<sub>37</sub>H<sub>56</sub>O<sub>10</sub>）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。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿