

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230147

六月雪（白马骨）配方颗粒

Liuyexue(Baimagu) Peifangkeli

【来源】本品为茜草科植物白马骨 *Serissa serissoides*(DC.)Druce 的干燥全草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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《湖南省中药材标准》2009年版“六月雪”项下规定的方法炮制。

【制法】 取六月雪（白马骨）饮片8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为5%~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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.7g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品，加甲醇制成每1ml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3 μ l、对照品溶液2 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20:3:0.2）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，在与对照品色谱相应的位置上，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100mm，内径2.1mm，粒径1.8 μ m），以甲醇为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.28ml，柱温为30℃，检测波长为254nm，进样量为1 μ l。理论板数按车叶草苷酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A(%)	流动相B(%)
0~3	3	97
3~8	3→12	97→88

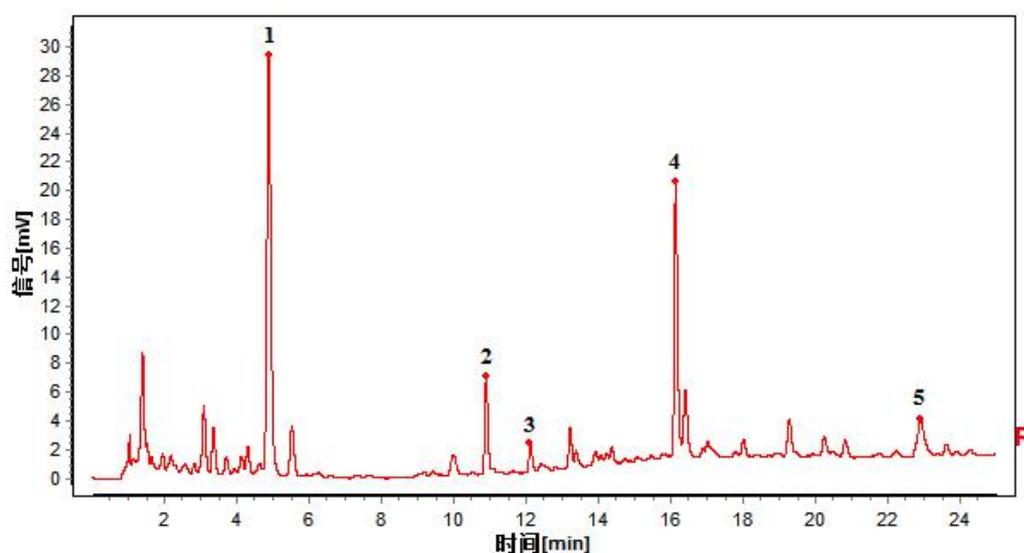
8~12	12→25	88→75
12~25	25→38	75→62
25~30	38→90	62→10

参照物溶液的制备 取六月雪对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入 30%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入 30%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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和供试品溶液各 1 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应。



峰 1：去乙酰基车叶草苷酸；峰 4：车叶草苷酸

图 六月雪（白马骨）配方颗粒对照特征图谱

色谱柱：HSS T3

【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】 取本品研细，取约 2g，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 14.0%。

【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30℃，流速为每分钟 0.30ml，检测波长为 236nm。理论板数按

车叶草苷酸峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	3→15	97→85
15~20	15→90	85→10

对照品溶液的制备 取车叶草苷酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 100 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 50%乙醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 50%乙醇补足减失的重量，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含车叶草苷酸（ $C_{18}H_{24}O_{12}$ ）应为 3.0mg~18.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g

【贮藏】 密封。