

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2023016

六月雪(白马骨)配方颗粒

Liuyuexue(Baimagu) Peifangkeli

【来源】 本品为茜草科植物白马骨 *Serissa foetida* Comm. 的干燥全株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，显相同颜色的斑点和荧光斑点。

【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（2.1mm \times 100mm，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。理论板数按车叶草苷酸峰计算应不低于 5000。

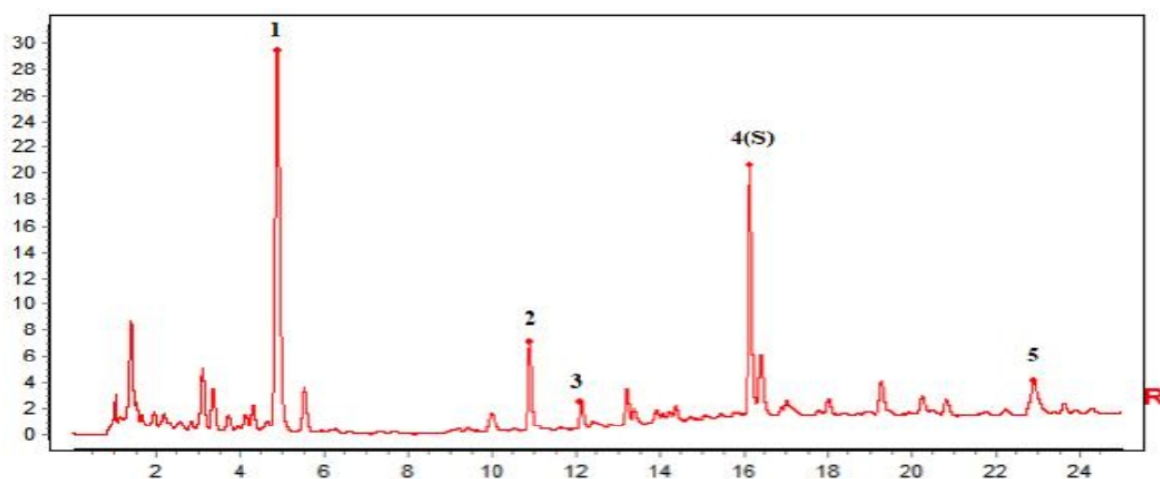
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	3	97
3~8	3 \rightarrow 12	97 \rightarrow 88
8~12	12 \rightarrow 25	88 \rightarrow 75
12~25	25 \rightarrow 38	75 \rightarrow 62
25~30	38 \rightarrow 90	62 \rightarrow 10

参照物溶液的制备 取六月雪对照药材 1g，加 30%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取去乙酰基车叶草苷酸对照品适量，精密称定，用 30%甲醇制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，作为去乙酰基车叶草苷酸对照品参照物溶液，再取【含量测定】项下对照品溶液，作为车叶草苷酸对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，加 30%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，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 1 μ l，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，其中峰 1、峰 4 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与车叶草苷酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3 和峰 5 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 \pm 10%范围之内。规定值为：0.66（峰 2）、0.74（峰 3）、1.46（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：去乙酰基车叶草苷酸；峰 4（S）：车叶草苷酸

色谱柱：Waters HSS T3，2.1mm \times 100mm，1.8 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 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（2.1mm \times 100mm，1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，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 0.3ml；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 100μg 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，密塞称定重量，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，每 1g 含车叶草苷酸（C₁₈H₂₄O₁₂）应为 3.5mg~18.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g

【贮藏】 密封。