六月雪配方颗粒

Liuyuexue Peifangkeli

【来源】 本品为茜草科植物白马骨 *Serissa serissoides*（DC. ）Druce 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】 取六月雪饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.0%～10.0%），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 年版四部通则 0502）试验，吸取供试品溶液 5μl、对照品溶液 2μl，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。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 14.0%。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性验试验 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 1.8μm）；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（%）

湖北省公示稿

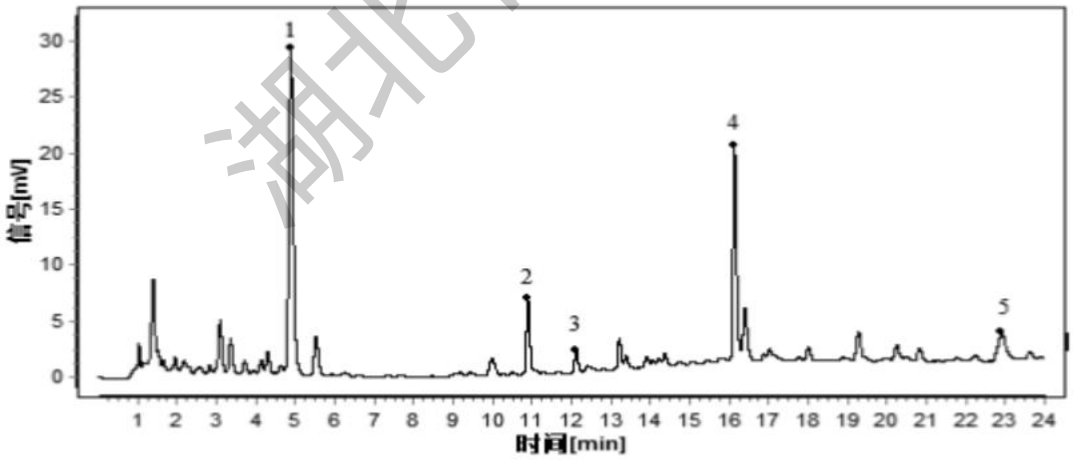
0～3	3	97
3～8	3→12	97→88
8～12	12→25	88→75
12～25	25→38	75→62
25～30	38→90	62→10

参照物溶液的制备 取六月雪对照药材 1g，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，作为对照药材参照物溶液。另取车叶草苷酸对照品、去乙酰基车叶草苷酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的混合溶液，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，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 1μl，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 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1：去乙酰基车叶草苷酸；峰 4：车叶草苷酸

色谱柱：HSS T3，2.1mm×100mm，1.8μm

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0512）测定。

湖北省公示稿

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1.8μm）；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；流速为每分钟0.3ml；柱温为30℃；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，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，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。

湖北省公示稿