

重楼（云南重楼）配方颗粒

Chonglou (Yunnanchonglou) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物云南重楼 *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz. 的干燥根茎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】 取重楼（云南重楼）饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~28%），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】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取重楼（云南重楼）对照药材 0.5g，加乙醇 10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。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 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（15：5：1）的下层溶液为展开剂，展开二次，展距均为 8cm，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，分别在日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的主斑点；紫外光下显相同颜色的荧光主斑点。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml，柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 203nm。理论板数按重楼皂苷 VII 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	30	70
5~14	30→40	70→60
14~26	40→50	60→50
26~30	50→95	50→5

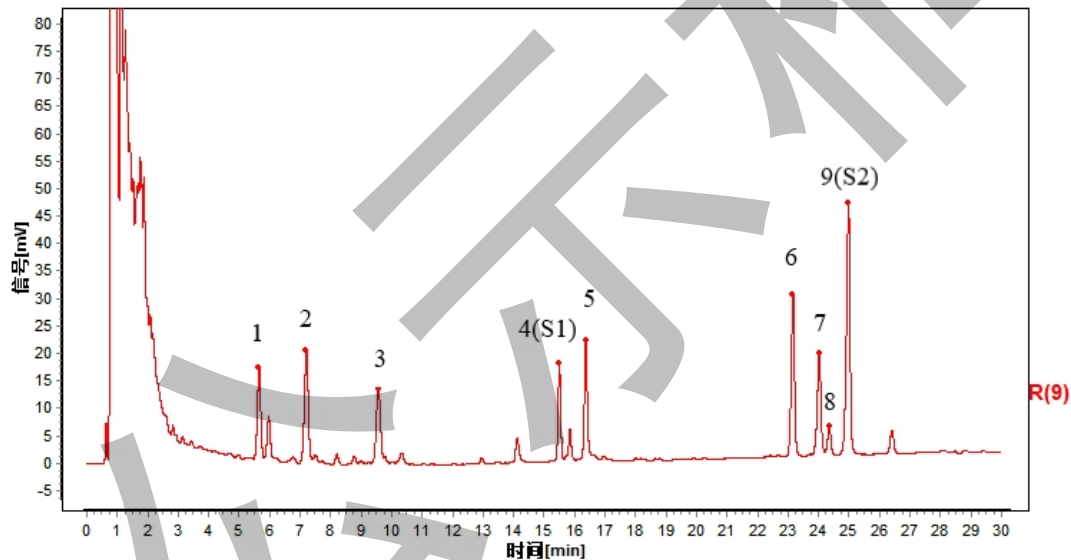
参照物溶液的制备 取重楼（云南重楼）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 70%甲

醇 20ml, 加热回流 60 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〕项下的对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。再取薯蓣皂苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 4、峰 6、峰 7、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应, 与重楼皂苷VII对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1~3、峰 5 与 S1 峰的相对保留时间; 与重楼皂苷I对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 8 与 S2 峰的相对保留时间, 其相对保留时间均应在规定值的 \pm 10%范围之内, 规定值为: 0.36 (峰 1)、0.46 (峰 2)、0.62 (峰 3)、1.06 (峰 5)、0.97 (峰 8)。



对照特征图谱

峰 4: 重楼皂苷VII; 峰 6: 重楼皂苷 II; 峰 7: 薯蓣皂苷; 峰 9: 重楼皂苷I

色谱柱: Eclipse Plus C18 RRHD, 2.1mm \times 100mm, 1.8 μ m

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法 (中国药典 2020 年版通则 0104) 检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟 (必要时加热煮沸 5 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑或异物。

其他 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 17.0%。

【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 μ m）；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 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 $^{\circ}$ C；检测波长 203nm。理论板数按重楼皂苷 I 峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	37→43	63→57
5~6	43→52	57→48
6~11	52→56	48→44

对照品溶液的制备 取重楼皂苷 I 对照品、重楼皂苷 II 对照品和重楼皂苷 VII 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含重楼皂苷 I 120 μ g、重楼皂苷 II 80 μ g、重楼皂苷 VII 50 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，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 含重楼皂苷 I（ $C_{44}H_{70}O_{16}$ ）、重楼皂苷 II（ $C_{51}H_{82}O_{20}$ ）和重楼皂苷 VII（ $C_{51}H_{82}O_{21}$ ）的总量应为 2.4mg~9.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。