北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021034

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.的干燥根茎经炮制后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。另取重楼对照药材 0.5g，加乙醇 10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取重楼皂苷I对照品、重楼皂苷II对照品、重楼皂苷VI对照品、重楼皂苷VII对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的溶液，作为混合对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5μl，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，取出，晾干，喷以 10％硫酸乙醇溶液，在 105℃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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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 1.6μm）；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 35℃；检测波长为 203nm。理论板数按重楼皂苷II峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）

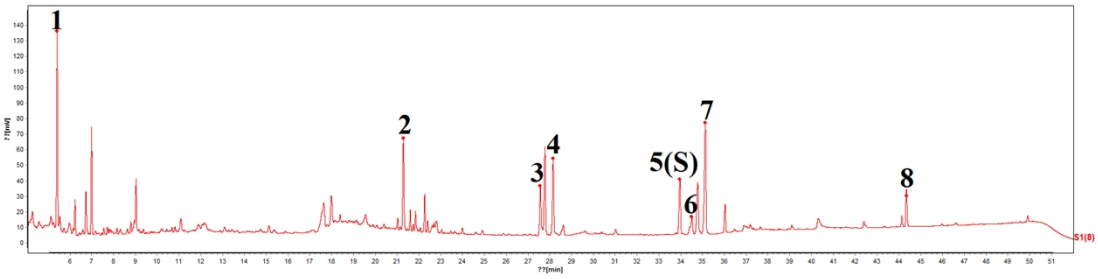
0～8	17→24	83→76
8～15	24→28	76→72
15～16	28→32	72→68
16～33	32→52	68→48
32～35	52→65	48→35
35～48	65→95	35→5
48～50	95→17	5→83
50～55	17	83

参照物溶液的制备 取重楼对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照溶液。另取 *β*-脱皮甾酮对照品、重楼皂苷I对照品、重楼皂苷II对照品、薯蓣皂苷对照品、重楼皂苷VII对照品、亚油酸对照品，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含 *β*-脱皮甾酮 100μg、重楼皂苷I85μg、重楼皂苷II100μg、薯蓣皂苷 110μg、重楼皂苷VII100μg、亚油酸 60μg 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 精密吸取供试品溶液与参照物溶液各 1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应；其中 6 个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与重楼皂苷II参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 4 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.63（峰 2）、0.83（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1：*β*-脱皮甾酮峰　3：重楼皂苷VII　峰 5(S)：重楼皂苷II　峰 6：薯蓣皂苷

峰 7：重楼皂苷I 峰 8：亚油酸

色谱柱：CORTECS T3，2.1 mm×150 mm，1.6μm

【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 15.0%。

【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 1.8μm）；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；流速每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 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

参照物溶液的制备 取重楼皂苷VII对照品、重楼皂苷II对照品和重楼皂苷I对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含重楼皂苷VII50μg、重楼皂苷II 80μg、重楼皂苷I 120μg 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，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，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含重楼皂苷Ⅶ（$C_{51}H_{82}O_{21}$）、重楼皂苷Ⅱ（$C_{51}H_{82}O_{20}$）和重楼皂苷Ⅰ（$C_{44}H_{70}O_{16}$）的总量，应为 2.0mg~12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。