

ICS \*\*.\*\*\*.\*\*

C\*\*



# 团 体 标 准

T/CACM \*\*\*\*—20\*\*

## 穿心莲内酯（供注射用）质量标准

QUALITY STANDARD OF ANDROGRAPHOLIDE

FOR INJECTION

（文件类型：公示稿）

202x-xx-xx 发布

202X-xx-xx 实施

中华中医药学会 发布

# 目 次

目 次.....	2
前 言.....	3
1 范围 .....	4
2 规范性引用文件.....	4
3 术语和定义 .....	4
4 规范性技术要素.....	4
附录 A.....	7
附录 B.....	9

# 前 言

本标准按照GB/T1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定的规则起草。

本标准由创新天然药物与中药注射剂国家重点实验室提出。

本标准由中华中医药学会归口。

本标准起草单位：创新天然药物与中药注射剂国家重点实验室、上海中医药大学、江西青峰药业有限公司、神威药业集团有限公司、丽珠集团利民制药厂、无锡济民可信山禾药业股份有限公司、浙江康恩贝制药股份有限公司、广州中医药大学、江西省中医药研究院、广西壮族自治区药用植物园、江西中医药大学附属医院、成都通德药业有限公司。

本标准主要起草人：谢宁、张卫东、黄冰峰、邓双炳、姜国志、黄文华、朱音、王如伟、刘地发、方礼、蒋春红、王振、王章伟、刘尧奇、刘芳芳、林励、虞金宝、余丽莹、栾鑫、吕超、徐丽芳、胡律江、胡平、张安玲、范伟川。

# 穿心莲内酯（供注射用）质量标准

## 1 范围

本标准规定了穿心莲内酯的来源、性状、鉴别、检查、含量测定和贮藏等指标。

本标准适用于采用穿心莲内酯相关注射剂生产企业购入原料穿心莲内酯入厂验收及生产投料前的质量控制。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注明日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国药典》2020版一部

《中华人民共和国药典》2020版四部

GB/T 11-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1 有关物质 ORGANIC IMPURITIES

系指可能会在穿心莲内酯的生产过程和/或储存期间有所增加的有机杂质，这些杂质可能是结构已鉴定的或者是未鉴定的、挥发性的或者非挥发性的。

## 4 规范性技术要素

### 4.1 来源

本品为爵床科植物穿心莲 *Andrographis paniculata* (Burm.f.) Nees 的干燥地上部分，炮制后的饮片经 90%~97%乙醇提取、分离、纯化得到的一种化合物单体，结构式、分子式参见附录 A。

### 4.2 性状

性状包括外观、溶解度、熔点，应符合《中华人民共和国药典》2020年版一部对穿心莲内酯的相关规定（参见附录 A）。

### 4.3 鉴别

鉴别应符合《中华人民共和国药典》2020年版一部对穿心莲内酯的相关规定（参见附录 A）。

#### 4.4 检查

其他内酯、干燥失重、炽灼残渣应符合《中华人民共和国药典》2020年版一部对穿心莲内酯的相关规定（参见附录A）。

##### 4.4.1 有关物质

照高效液相色谱法（中华人民共和国药典2020年版四部通则0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，0.1%磷酸为流动相B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为225 nm；流速每分钟为0.8 ml；柱温为30℃。供试品溶液色谱图中，主峰与相邻峰的分离度应不小于1.5，理论板数按穿心莲内酯峰计算应不低于10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	19	81
10~15	19→20	81→80
15~25	20→36	80→64
25~30	36	64
30~35	36→19	64→81
35~40	19	81

**供试品溶液的制备** 取本品适量，精密称定，加0.1%磷酸-乙腈（1:1）使溶解并定量稀释制成每1 ml中约含0.8 mg的溶液。

**对照溶液的制备** 精密量取供试品溶液1 ml，用0.1%磷酸-乙腈（1:1）定量稀释制成每1 ml中约含8 μg的溶液。

**测定法** 精密吸取供试品溶液与对照溶液各10 μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

**限度** 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得过对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1倍（1.0%）。供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

##### 4.4.2 重金属及有害元素

照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中华人民共和国药典2020年版四部通则2321原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过2.5 mg/kg；镉不得过0.5 mg/kg；砷不得过1 mg/kg；汞不得过0.1 mg/kg；铜不得过10 mg/kg。

##### 4.4.3 乙醇残留量

照气相色谱法（中华人民共和国药典2020年版四部通则0521）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度为40℃，维持8分钟，以每分钟30℃的速率升温至220℃，维持5分钟；进样口温度为200℃；检测器为火焰离子化检测器（FID），检测器温度为250℃；分流比为15:1。理论板数按乙醇峰计算应不低于5000。

**供试品溶液的制备** 取本品约 0.2 g，精密称定，置 5 ml 量瓶中，加 *N,N*-二甲基甲酰胺使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

**对照品溶液的制备** 取无水乙醇约 200 mg，精密称定，置装有适量溶剂的 100 ml 量瓶中，加 *N,N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀；精密量取 5 ml，置 50 ml 量瓶中，加 *N,N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 精密吸取供试品溶液及对照品溶液各 1  $\mu$ l，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。

**限度** 本品含乙醇不得过 0.5%。

#### 4.5 含量测定

照高效液相色谱法（中华人民共和国药典 2020 年版四部通则 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；以甲醇-水（60：40）为流动相；检测波长为 225 nm。理论塔板数按穿心莲内酯峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 0.1 mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品约 25 mg，精密称定，置 50 ml 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取 5 ml，置 25 ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 精密吸取供试品溶液与对照品溶液各 10  $\mu$ l，分别注入液相色谱仪，测定，即得。

**限度** 本品按干燥品计算，含穿心莲内酯（ $C_{20}H_{30}O_5$ ），应为 98.0%~101.0%。

#### 4.6 贮藏

贮藏应符合《中华人民共和国药典》2020 年版一部对穿心莲内酯的相关规定（参见附录 A）。

## 附录 A

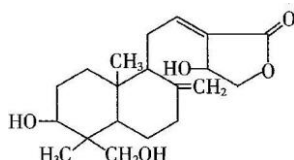
(资料性附录)

《中华人民共和国药典》2020 年版一部穿心莲内酯的质量标准

### 穿心莲内酯

Chuanxinliannei zhi

ANDROGRAPHOLIDES



$C_{20}H_{30}O_5$  350.45

**【性状】** 本品为无色结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在沸乙醇中溶解，在甲醇或乙醇中略溶，在三氯甲烷中极微溶解，在水中几乎不溶。

**熔点** 应为 224~230℃，熔融时同时分解（通则 0612）。

**【鉴别】** (1) 取本品约 10mg，加乙醇 2ml 溶解后，加 2%3,5-二硝基苯甲酸的乙醇溶液与 5%氢氧化钾的乙醇溶液各 2 滴，摇匀后，即显紫红色。

(2) 取本品约 10mg，加乙醇 2ml 溶解后，加乙醇制氢氧化钾试液 2~3 滴，渐显红色，放置后变为黄色。

(3) 取本品，加无水乙醇制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定，在 224nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】 其他内酯** 取本品，加无水乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液作为供试品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述溶液 10 $\mu$ l，点于硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（19 : 1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2% 3,5-二硝基苯甲酸的乙醇溶液与 5% 氢氧化钾的乙醇溶液得等量混合液（临用新制）。供试品色谱中，除主斑点外，不得显其他斑点。

**干燥失重** 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 1.0%（通则 0831）。

**炽灼残渣** 不得过 0.1%（通则 0841）。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（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；以甲醇-水（60 : 40）为流动相；检测波长为 225nm。理论板数按穿心莲内酯峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取穿心莲内酯对照品适量，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** 取本品约 25mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加甲醇溶解并稀释

至刻度，摇匀。精密量取 5ml，置 25ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含穿心莲内酯（ $C_{20}H_{30}O_5$ ），应为 95.0%~101.0%。

**【贮藏】** 遮光，密闭。



## 附录 B

(资料性附录)

本标准与《中华人民共和国药典》2020 年版一部穿心莲内酯标准的对比表

检查项目		中华人民共和国药典 2020 年版	团体标准
来源		/	为爵床科植物穿心莲 <i>Andrographis paniculata</i> (Burm.f.) Nees 的干燥地上部分, 炮制后的饮片经 90%~97%乙醇提取、分离、纯化得到的一种化合物单体。
性状	外观	无色结晶性粉末; 无臭, 味苦。	同中华人民共和国药典
	溶解度	在沸乙醇中溶解, 在甲醇或乙醇中略溶, 在三氯甲烷中极微溶解, 在水中几乎不溶。	同中华人民共和国药典
	熔点	应为 224~230℃, 熔融时同时分解。	同中华人民共和国药典
鉴别 (1)		化学鉴别	同中华人民共和国药典
鉴别 (2)		化学鉴别	同中华人民共和国药典
鉴别 (3)		紫外鉴别	同中华人民共和国药典
检查	有关物质	/	单个杂质不得过 0.5%, 各杂质之和不得过 1.0%。
	其他内酯	供试品色谱中, 除主斑点外, 不得显其他斑点。	同中华人民共和国药典
	重金属及有害元素	/	铅不得过 2.5 mg/kg; 镉不得过 0.5 mg/kg; 砷不得过 1 mg/kg; 汞不得过 0.1 mg/kg; 铜不得过 10 mg/kg。
	乙醇残留量	/	不得过 0.5%
	干燥失重	不得过 1.0%	同中华人民共和国药典
	炽灼残渣	不得过 0.1%	同中华人民共和国药典
含量测定		含穿心莲内酯 (C <sub>20</sub> H <sub>30</sub> O <sub>5</sub> ), 应为 95.0%~101.0%。	含穿心莲内酯 (C <sub>20</sub> H <sub>30</sub> O <sub>5</sub> ), 应为 98.0%~101.0%
贮藏		遮光, 密闭。	同中华人民共和国药典

注“/”: 《中华人民共和国药典》标准中无该指标。