

穿心莲干浸膏

Chuanxinlian Ganjingao

ANDROGRAHIS DRY EXTRACT

本品为爵床科植物穿心莲 *Andrographis paniculata* (Burm.f.) Nees 的干燥叶经加工制成的干浸膏。

【制法】取穿心莲叶，粉碎，用乙醇浸渍三次，浸出液滤过，滤液合并，回收乙醇并浓缩至稠膏状，干燥，即得。

【性状】本品为墨绿色的块状物；味苦。

【鉴别】取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取穿心莲对照药材 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 5ml，作为对照药材溶液。再取脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮(2:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 香草醛硫酸溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰，日光下检视。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。

【检查】水分 不得过 5.0% (附录 IX H 第一法)。

炽灼残渣 取本品 1~2g，按炽灼残渣检查法 (附录 IX J) 测定，炭化后不加硫酸，直接灰化，结果不得过 10.0%。

重金属 不得过百万分之二十 (附录 IX E 第二法)。

【特征图谱】照高效液相色谱法 (附录 VI D) 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 25 cm，柱内径为 4.6 mm，粒径为 5 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；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 225 nm。理论板数按穿心莲内酯峰计算应不低于 10000。

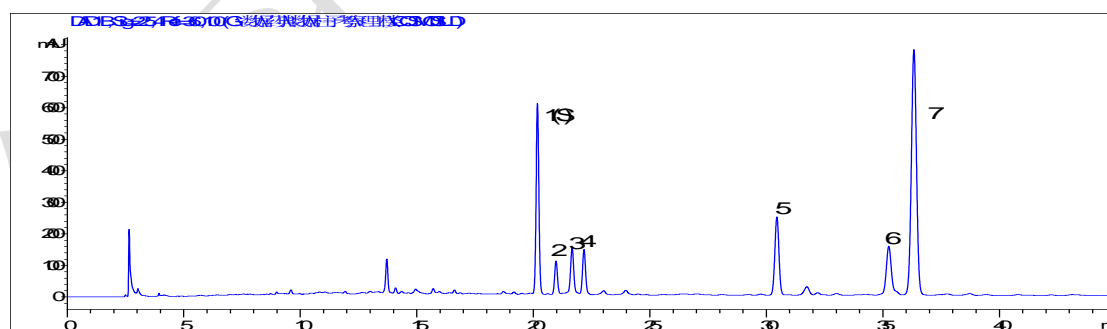
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	5→20	95→80
5~15	20→30	80→70
15~25	30→34	70→66
25~30	34→37	66→63
30~45	37→39	63→61

参照物溶液的制备 取穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含穿心莲内酯 0.4mg、脱水穿心莲内酯 0.5mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.1 g，精密称定，置 10 ml 量瓶中，加甲醇超声处理使溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，记录 45 分钟的色谱图，即得。

供试品特征图谱中应有 7 个特征峰，其中 2 个峰应分别与相应的参照物峰保留时间相同，以穿心莲内酯参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%之内。规定值为：1.00(峰 1)、1.04 (峰 2)、1.07 (峰 3)、1.10 (峰 4)、1.50 (峰 5)、1.75 (峰 6)、1.79 (峰 7)。



对照特征图谱

峰 1 (S): 穿心莲内酯 峰 2: 去氧穿心莲内酯苷 峰 3: 异穿心莲内酯 峰 4: 脱水穿心莲内酯苷 峰 5: 新穿心莲内酯 峰 6: 去氧穿心莲内酯 峰 7: 脱水穿心莲内酯

【含量测定】 穿心莲总内酯

取本品 1g，精密称定，加乙醇 50ml，置水浴上微温热使溶解，放冷，精密加

碱式醋酸铅试液 5ml，摇匀，放置 1 小时，俟沉淀完全，滤过，沉淀用乙醇充分洗涤，合并洗液与滤液，加 25% 硫酸钠试液 5ml，振摇后放置 2 小时，再加活性炭 1g，置水浴上加热煮沸 10 分钟，趁热抽滤，通过铺有 1g 活性炭层的布氏漏斗，并用热乙醇充分洗涤活性炭层，合并洗涤液与滤液，回收乙醇至约 50ml，放冷，加水 80ml，加酚酞指示液 3 滴，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中和至微红色。精密加入氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）25ml，置水浴上加热水解 20 分钟，迅速放冷，用盐酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正，即得。每 1ml 的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 35.04mg 的穿心莲内酯（ $C_{20}H_{30}O_5$ ）。

本品按干燥品计算，含穿心莲总内酯以穿心莲内酯计（ $C_{20}H_{30}O_5$ ）计，不得少于 30.0%。

穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯 照高效液相色谱法（附录 VI D）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；穿心莲内酯检测波长为 225nm，脱水穿心莲内酯检测波长为 254nm。理论板数按脱水穿心莲内酯峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取穿心莲内酯对照品和脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50 μ g 的混合溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 0.1g，精密称定，置 25ml 量瓶中，加甲醇约 20ml，超声使溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，置中性氧化铝柱（200~300 目，5g，柱内径为 1.5cm）上，用甲醇 25ml 洗脱，收集洗脱液，置 50ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 10 μ 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（ $C_{20}H_{30}O_5$ ）和脱水穿心莲内酯（ $C_{20}H_{28}O_4$ ）的总量不得少于 8.5%。

【贮藏】 避光，密封，置阴凉干燥处。