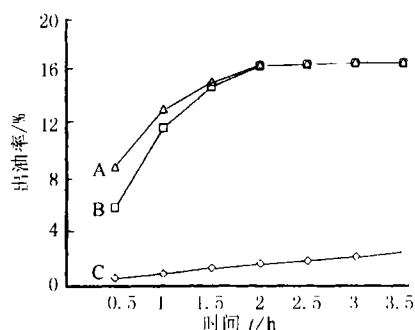




A-80 目以上 B-40~60 目 C-20 目以下

A-above 80 meshes B-40~60 meshes C-below 20 meshes

图5 原料粒度对喜树种子出油率的影响

Fig. 5 Effect of material granularity on ratio of extracted oil of *C. acuminata* seed

油脂很少,这主要是由于此时喜树种子的种皮、种仁有相当一部分未被破碎,影响出油率的提高。而当粒度大于40目以后,在2h即可萃取出含油量的90%以上,此时粒度再增加已无意义,相反粒度过小,物料很容易随着溶剂一起由细不锈钢砂制造的料筒盖进入分离器,影响产品的品质。因此确定原料粒度为

40~60目最佳。

4 结论

通过超临界CO₂萃取技术研究喜树果实油脂的萃取过程,对影响萃取过程中溶解度及传质过程的因素进行研究,确定萃取过程的最佳工艺参数:原料粉碎粒度:40~60目;萃取压力/温度:(25~30)MPa/(35~40)℃;投料量:200g/罐;CO₂流量:10kg/h;萃取时间:120min;原料含水量:≤6%。

References:

- [1] Yin L J, Wang Y, Zu Y G. Study on purification of α -linolenic acid from *Camptotheca acuminata* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(1): 22-23.
- [2] Liu Y J. Biological effect and mechanism of α -linolenic acid [J]. *Rev Physiol Sci* (生理科学概论), 1987, 18(3): 230-235.
- [3] Chen W N. *Principle and Application of Supercritical Fluid Extraction* (超临界流体萃取的原理和应用) [M]. Beijing: Chemical Industry Publishing House, 1998.
- [4] Arne S. Solubility and partition coefficients of fish oil esters in supercritical carbon dioxide [J]. *J Chem Eng Jpn*, 1994, 27(1): 132-134.

RP-HPLC法测定葫芦素滴丸中葫芦素B的含量

黄哲, 张莉, 李海生*

(天津市药品检验所, 天津 300070)

葫芦素系从甜瓜 *Cucumis melo* L. 瓜蒂中提取纯化而得, 其中含葫芦素B 80%以上。主要用于因湿热毒盛所致迁延性肝炎、慢性肝炎及原发性肝癌的辅助治疗^[1]。有关HPLC测定葫芦素B的方法已有报道^[2,3], 但均使用甲醇为主的流动相系统。由于葫芦素B的最大吸收波长为228nm, 而色谱纯甲醇在230nm的吸光度约为0.15, 本底吸收大, 不同程度地影响到测定结果。我们建立了乙腈-0.1mol/L K₂HPO₄为流动相的色谱系统, 使葫芦素B与其他成分达到良好分离。

1 仪器与试剂

岛津LG-10A型高效液相色谱仪, G-R6A积分仪。葫芦素B对照品购自天津药物研究院, TLC检查为单一斑点, 归一化法计算纯度为97.63%。葫芦素滴丸(规格0.1mg/丸)由北京某生物医药有限公司提供, 批号分别为020201, 020202, 020203, 020204, 020205, 020206。乙腈为色谱纯, K₂HPO₄为分析纯, 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为Vercopak C₁₈柱(4.6mm×250mm, 7μm), 以乙腈-0.1mol/L K₂HPO₄(50:50)为流动相, 流速为1.0mL/min, 检测波长为228nm, 柱温为40℃, 在上述条件下对照品与供试品的典型分离见图1。

2.2 检测波长的选择: 取葫芦素B对照品适量, 用流动相溶解并制成5μg/μL的溶液, 在200~400nm波长扫描, 其最大吸收峰为228nm, 故选作检测波长。

2.3 流动相比比的选择: 考察了流动相中乙腈与缓冲液不同对比对分离的影响, 结果乙腈-0.1mol/L K₂HPO₄(50:50)获得较满意的分离及适宜的保留时间。

2.4 对照品溶液的制备: 取葫芦素B对照品适量, 加流动相稀释并制成0.1μg/mL的溶液。

2.5 供试品溶液的制备: 取本品30粒, 置25mL量瓶中, 加流动相适量, 振摇使溶解, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 用0.45μm微孔滤膜滤过, 取续滤液即得。

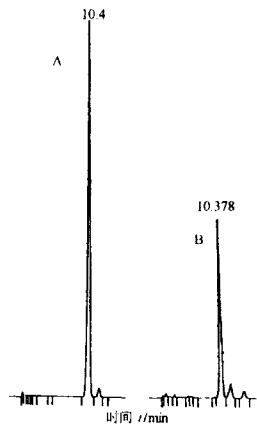


图 1 葫芦素 B(A)和葫芦素滴丸(B)HPLC色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of cucurbitacin B (A) and Hulusu Dropping Pill (B)

2.6 线性关系考察:取葫芦素 B 对照品约 25 mg,精密称定,置 100 mL 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2, 3, 4, 5, 6 mL 置 10 mL 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。分别取 20 μ L 注入液相色谱仪,记录峰面积积分值,以浓度为横坐标,积分值为纵坐标,进行计算,得到回归方程为 $Y = 13\,518X - 11\,634$, $r = 0.999\,5$ 。结果表明:葫芦素 B 浓度在 50~ 150 μ g/mL 时与峰面积线性关系良好。

2.7 精密度试验:取供试品溶液,连续进样 5 次,葫芦素 B 峰面积的 $RSD = 0.32\%$,表明分析结果的精密度良好。

2.8 稳定性试验:取供试品溶液在 0, 2, 4, 6, 8 h 时测定,结果葫芦素 B 峰面积的 $RSD = 1.0\%$,表明供试品的溶液在 8 h 内稳定。

2.9 重现性试验:对同一批样品,分别取样 6 份,测定,结果葫芦素 B 的平均含量为 0.100 5 mg/丸, $RSD = 0.60\%$,重现性符合要求。

2.10 回收率测定:采用加入法考察了方法的回收率。取已准确测定含量的样品 15 粒,置 25 mL 量瓶

中,加入葫芦素 B 对照品 1.5 mg,用流动相溶解并稀释至刻度,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液测定。结果平均加样回收率为 99.4%, $RSD = 1.16\%$ ($n = 6$)。

2.11 样品测定:测定了 6 批样品,结果见表 1。由结果可知,本品的生产工艺较稳定。

表 1 葫芦素滴丸中葫芦素 B 的含量测定结果($n = 3$)
Table 1 Determination of cucurbitacin B in Hulusu Dropping Pill ($n = 3$)

批 号	葫芦素 B/(mg $\cdot$ 丸 $^{-1}$)
020201	0.100 8
020202	0.101 3
020203	0.100 0
020204	0.099 9
020205	0.101 7
020206	0.100 9

3 讨论

3.1 聚乙二醇 4 000 对测定无影响,可将样品直接溶解后进样测定。

3.2 考察了不同牌号色谱柱对分离的影响,如 Inersil ODS 柱(4.6 mm $\times$ 250 mm)、Hibar ODS (4.6 mm $\times$ 250 mm),均获得了与 Vercopak ODS 柱十分相似的分离效果。另外,流动相组成的浓度改变($\pm 2\%$)对分离效果基本无影响。

3.3 与已报道的方法作对比试验,本方法具有分离效果好,检测灵敏度高(最小检出量为 0.02 μ g)及重现性好的特点。

References:

[1] Drug Specifications Promulgated by Ministry of Public Health PRC (中华人民共和国卫生部药品标准) [S]. WS₃-B-3711-98.

[2] Zhao M. Assay and test for content uniformity of Hulusu Tablet by HPLC [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 1991, 11 (4): 244.

[3] Huang L Q, Yao S T. Determination of cucurbitacin B in *Trichosanthes hupdensis* by HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1994, 25(10): 555.

HPLC 法测定辛夷鼻炎丸中升麻苷和 5-O-甲基维阿米醇苷的含量

丘文珍*

(广州中一药业有限公司,广东 广州 510140)

辛夷鼻炎丸由鹅不食草、鱼腥草、防风等中药组成,具有祛风清热、消炎解毒之功能,用于治疗鼻炎(包括过敏性鼻炎、慢性鼻炎等),神经性头痛,感冒

流涕,鼻塞不通等。该制剂原质量标准只对鹅不食草、鱼腥草进行了薄层鉴别,为了进一步控制其质量,本实验对防风中的升麻苷与 5-O-甲基维阿米醇

* 收稿日期:2002-10-31