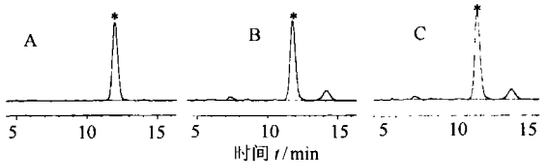

* -葫芦素 B

* -cucuritacin

图 1 葫芦素 B 对照品(A)、葫芦素滴丸(B)和葫芦素片(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC of cucurbitacin B (A), Hulusu Dropping Pill (B), and Hulusu Tablet (C)

据 HPLC 测定结果，计算出各取样点的溶出度，溶出度公式见下式，结果列于表 2。

$$D=\frac{m_{对}}{m_{样}}\frac{A_{样}}{A_{对}}\times 100\%$$

$m_{对}$：对照品质量 $A_{样}$：样品峰面积

$m_{样}$：滴丸中葫芦素 B 的总质量 $A_{对}$：对照品峰面积

表 2 葫芦素片和葫芦素滴丸的溶出度测定结果 ($n=6$)

Table 2 Dissolution in Hulusu Tablet and Hulusu Dropping Pill ($n=6$)

时间/min	0.1 mol/L HCl/%		水/%		pH=6.8 磷酸盐缓冲液/%	
	滴丸	片剂	滴丸	片剂	滴丸	片剂
5	32.13	2.51	46.25	0	35.67	0
15	60.59	8.76	70.68	1.43	71.12	0
30	72.60	32.57	83.84	1.93	84.00	0.35
60	78.32	45.86	84.87	3.37	86.16	4.12

3 讨论

在滴丸制剂中，药物与水溶性基质形成固体分散，在体内基质溶解时，药物以微细结晶、无定型微粒或分子形式释出，因而溶解快，吸收好，生物利用度高。葫芦素片在 0.1 mol/L HCl 中 30 min 时，葫芦素 B 溶出量只有 30%左右，在 60 min 时，溶出度不超过 50%；而在水和 pH=6.8 磷酸盐缓冲液介质中，30 min 内几乎不溶出，在 60 min 时溶出极少。葫芦素滴丸不论在 0.1 mol/L HCl 中，还是水和 pH=6.8 磷酸盐缓冲液中，葫芦素 B 的溶出在 30 min 时，都能达到 80%左右。这说明滴丸制剂与葫芦素片相比，溶出度增加明显。

References:

[1] Hunan Reaseach Institute of Pharmaceutical Industry. Studies on the antihepatitis active constituents from tiangudi (the fruit base of *Cucumis mele*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1979, 10(3): 1.

[2] Hunan Reaseach Institute of Pharmaceutical Industry. The pharmacological studies on the antihepatitis active constituents from Tiangudi (the fruit base of *Cucumis mele*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1979, 10(9): 30.

[3] Hu R S, Hou X J, Peng Y G, *et al*. Studies on the antihepatitis principles from Tiangudi (the fruit base of *Cucumis mele*) -- preparation and assay of gudisu and cucurbitacins B and E [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1982, 13(10): 26.

[4] Ren F B, Hu M. Advances in pharmacological and clinical research of cucurbitacin treatment of hepatitis and primary hepatic carinoma [J]. *Chin J Integrated Tradit Chin West Med* (中西医结合杂志), 1986, 6(10): 633.

GC 法测定心宁提取物中正丁醇的残留量

孔伶俐，伊惠贤，崔青娟

(天津丹溪国药研究所，天津 300061)

心宁是治疗冠心病、心绞痛的中药五类新药，主要为降香黄酮类化合物。按照《药品注册管理办法》的要求，中药五类有效部位的质量分数应大于 50%。为了富集黄酮化合物，实验采取正丁醇萃取。按照《ICH》(人用药物注册技术要求国际协调会议)“关于药品中溶剂残留量的指导原则”的要求，规定正丁醇有机溶剂的残留量≤0.5%。为确保心宁提取物中的正丁醇残留量符合要求，本实验参照《中华人民共和国药典》2000 年版二部附录ⅧP 有机溶剂残留量测定法，对心宁提取物中的正丁醇残留量进行了测定。

1 仪器与试剂

HP—6890 气相色谱仪(美国惠普公司)，Agilent 7694E 顶空进样器。正丁醇、二甲基亚砜(分析纯)；心宁提取物(自制，批号为 020722、020724、020726)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件：DB—624 毛细管柱(30 m×0.53 mm，3.00 μm)；采用程序升温，起始温度 50 ℃维持 2 min，升温速率 40 ℃/min，终了温度 200 ℃维持

收稿日期：2004-02-12

1.5 min；载气：N_2；检测器：FID。理论板数按正丁醇峰计算应不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备：精密吸取正丁醇 193.0 μL (156.25 mg)置 100 mL 量瓶中，以二甲基亚砜溶解并稀释至刻度，摇匀。分别精密量取 4.0 mL 置 25 mL 量瓶中，以二甲基亚砜稀释至刻度，摇匀。取溶液 2 mL 置 10 mL 顶空瓶中，密封。

2.3 供试品溶液的制备：取本品约 100 mg，精密称定，置 10 mL 顶空瓶中，加二甲基亚砜 2 mL，密封，加热使溶解，即得。

2.4 标准曲线的制备：精密吸取正丁醇 193.0 μL (156.25 mg) 置 100 mL 量瓶中，以二甲基亚砜溶解并稀释至刻度，摇匀。分别精密量取 0.1、0.4、0.8、4.0、8.0、16.0 mL 置 25 mL 量瓶中，以二甲基亚砜稀释至刻度，摇匀。按上述色谱条件及顶空进样条件分别测定，记录峰面积值。以对照品溶液的质量浓度(C)为横坐标，峰面积积分值(A)为纵坐标，绘制标准曲线，得回归方程：$A=465.6C-0.58$，$r=0.999\ 9$。结果表明：正丁醇在 0.006 25～1.0 mg/mL 时，进样质量浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 空白试验：取二甲基亚砜溶剂 2 mL，按上述色谱条件测定，在正丁醇处无峰，不干扰测定。

2.6 最小检出质量浓度：在上述色谱条件下，正丁醇的最小检出质量浓度为 0.006 25 mg/mL (为供试品溶液质量浓度的 0.0125%)。

2.7 精密度试验：取 0.25 mg/mL 正丁醇对照品溶液按上述色谱条件及顶空进样条件平行测定 6 次，结果峰面积的 RSD 为 2.17%。

2.8 稳定性试验：取供试品溶液于 0、2、4、6、8、24、40 h 测定其峰面积值，结果峰面积的 RSD 为 0.31%。表明试验溶液在 40 h 内稳定性良好。

2.9 回收率：取批号为 020726 样品 100 mg，6 份，分别置 10 mL 顶空瓶中，加入正丁醇对照品溶液 2 mL，密封，加热使溶解。取上述两种溶液分别测定，以对照品溶液为对照，计算回收率。结果平均回收率为 100.7%，RSD 为 1.79% ($n=6$)。

2.10 样品中正丁醇的残留量测定：取供试品溶液 2 mL 置 10 mL 顶空瓶中，密封，100 ℃平衡 15 min，取顶空气 1 mL 注入气相色谱仪，测定，结果见表 1。结果表明样品中正丁醇残留量很少，均低于《ICH》规定的小于 0.5%的要求。

表 1 心宁提取物中正丁醇残留量的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of *n*-butanol residues in Xinning extract ($n=3$)

批 号	正丁醇/%
020722	未检出(0.012 5%以下)
020724	0.061
020726	未检出(0.012 5%以下)

3 讨论

本实验采用正丁醇萃取的方法制备的心宁提取物，总黄酮质量分数大于 50%，通过顶空进样气相色谱法测定正丁醇的残留量，3 批样品结果均小于 0.5%，符合《ICH》的规定，证明工艺是可行的，同时也保证人用药的安全。

HPLC 法对精制银翘解毒胶囊中连翘苷的定量分析

潘 莹[1]，江海燕[2]，卢忠朋[2]

(1. 广西区人民医院 药剂科，广西 南宁 530021；2. 广西中医学院，广西 南宁 530001)

精制银翘解毒胶囊是由连翘、金银花、桔梗等药味组成。具有显著抗菌、抗病毒、抗炎、镇痛、散风、退热作用，对于流行性感冒、头痛咳嗽、咽喉疼痛、温毒发颈、两腮赤肿具有很好疗效。连翘苷是方中主药连翘的主要成分之一，具有较强抗菌作用和抗病毒作用，并能抑制 CAMP 磷酸二酯的活性。连翘药材中的连翘苷含量测定方法有薄层扫描法、HPLC 法等[1~3]。本实验采用 HPLC 法测定精制银翘解毒胶囊中连翘苷的含量，该方法灵敏、准确，可作为精制银翘解毒胶囊的质量标准。

1 仪器与试药

日本岛津 LC—10A 液相色谱仪，SPD—8A 紫外检测仪，岛津 C—R10A 数据处理机。连翘苷对照品(中国药品生物制品检定所提供，批号：709-2008，

收稿日期：2003-12-04

作者简介：潘 莹(1967—)，女，主管药师，1990 年毕业于广西中医学院药学专业，主要从事医院制剂与药理研究。