

理,以蒸锅液沸腾即达 78℃开始记录,保持温度 3h,以上两种共加入溶媒的总量为原料的 4.5 倍即 720L。

1.2.5 对上述蒸馏液分别用二层纱布夹层放一薄层脱脂棉进行过滤,取滤过的蒸馏液为苍术 2.5 倍 200L,厚朴 3.5 倍量 280L,共收集 480L,混合蒸馏液密封保存。

1.2.6 将 1.2.5 项过滤后的药渣分别用苍术 3 倍,厚朴 3 倍量进行水煮至沸,压榨取水煮液备浓缩用。

1.2.7 茯苓加水煮沸后,保持 80℃2 次,第一次加水 10 倍量即 1200L,3h 取汁,第二次加水 8 倍量,煮 2h,两汁合并备用。

1.2.8 生半夏大小个分开,用清水浸泡,日换水 2 次至透心,加入生姜加水 10 倍量即 800L,煮沸 3h 取汁,第二次加水 8 倍量 640L 煮 2h 取汁合并备用。

1.2.9 大腹皮加水 14 倍即 1680L 水煮 3h 取汁备用。

以上三味药水煮液共加水 16.5 倍量即 5280L,全量混合静置,取上清液过滤加之第 1.2.6 项药渣的水煮液合并进行减压浓缩至原加入水量的 2%,即 105.6L,将甘草流浸膏趁热加入上述浓缩液中混合过滤。

1.2.10 将渗漉液蒸馏与水煮浓缩液混合,充分搅拌均匀,然后缓缓兑入挥发油的混合液(藿香油

800ml,苏叶油 400ml,95%乙醇适量)。要随加随搅拌,用 95%乙醇调整含醇量为 40%~50%,总溶液量为 1000L,公差数为 3%,即 1030L~970L,沉淀 1 周后分装。将塑料专用瓶外面用 95%的乙醇洗后,空干装入真空消毒器内进行灌注,将装量合格的半成品加热封口,经检查无漏液后,用常水将瓶外冲洗干净,检验合格,包装为成品。

本品为深棕色澄明液体(久贮略有混浊),味辛苦;含醇为 40%~50%。

2 小结

- 按上述工艺,生产了 10 批产品,优点如下:
- 2.1 生产周期较短:由于减少二种原料的渗滤,一批原料的生产周期由 25 昼夜缩短到 9.5 昼夜。
- 2.2 操作较容易:由于陈皮、白芷二味渗滤,而把苍术、厚朴二味热回流,避免了以前过滤困难的操作。
- 2.3 产品质量较好:由于二种工艺的结合运用,克服了完全热回流工艺中的沉淀物多的情况,现产品久贮澄明度也很好,并且药品颜色也很纯正。
- 2.4 经济效益好:此工艺比渗漉法节约工时 60 个以上,比渗漉法节约酒精 100kg。
- 药典规定为渗漉法,省卫生厅 1983 年批文同意我厂研究热回流法,我们在两种工艺的基础上进一步完善,收到良好的效果。

(1996-06-07 收稿)

反相高效液相色谱法测定阳春玉液中
淫羊藿甙的含量

东北制药集团公司沈阳抗生素厂研究所(110122) 王永金 孟宪霞 李 琪 丁 杰 郭凤华

阳春玉液口服液含淫羊藿、鹿茸、龟甲、蛇床子等 9 味中药,是治疗阳痿早泄,腰背酸痛,夜尿多频等病症的中药口服液制剂。方中淫羊藿为主药,而在本品的质量标准⁽¹⁾中还没有单体成分的含量测定。笔者采用反相高效液相色谱法测定了该口服液中淫羊藿甙的含量^(2,3),方法准确,操作简便,可用来评价产品质量和生产中工艺控制。

1 仪器、试药

1.1 仪器:Waters 公司高效液相色谱仪;510 型高压泵;U6K 进样器;486 型紫外检测器及柱温保护

器;2010 色谱工作站。

1.2 试药:甲醇、冰醋酸均为分析纯;淫羊藿甙对照品由中国药品生物制品检定所出品;阳春玉液由东北制药集团公司沈阳抗生素厂生产。

2 色谱条件

色谱柱:Waters 公司 Nova-Pak C₁₈(3.9mm×150mm,5μm)不锈钢柱;流动相:甲醇-水-冰醋酸(60:40:0.5);流速 0.8ml/min;检测波长 270nm,0.5AUFS,柱温 34℃。

3 标准曲线的绘制

精密称取淫羊藿甙对照品适量,配成系列浓度的甲醇溶液 0.05、0.10、0.15、0.2、0.25mg/ml,各进样 5 μ l,得色谱峰面积与浓度之间的线性回归方程为: $R=7.89e+0.6A, r=0.9999$ 。

表 样品测定结果(n=3)

批号	含量(%)			$\bar{x}(\%)$	CV(%)
9511045	0.42	0.43	0.44	0.43	2.33
9511046	0.42	0.42	0.41	0.42	2.38
9511047	0.42	0.42	0.43	0.42	1.68
9511048	0.30	0.31	0.31	0.31	2.28
9511049	0.40	0.42	0.41	0.41	2.44

4 回收率试验

取已知含量的样品 5 批,加入不同量的对照品,按样品提取法提取,蒸干后用甲醇定容 25ml,测定其含量,减去加入量,计算回收率为 98.56%,变异

系数 CV=2.98%。

5 样品测定

取样品 5 批,同上操作,进样测定,按外标法计算其含量,见表。

6 小结

6.1 从回收率实验结果表明本方法准确,可以用来控制阳春玉液的生产工艺和产品质量。

6.2 根据淫羊藿甙的保留时间和停流扫描对照品及样品的紫外图谱,可对淫羊藿甙的真伪作鉴别。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部.药品标准.中药成方制剂.第六册.1992.65
- 2 沙振芳,等.药物分析,1988,8(6):341
- 3 柴逸峰,等.药物分析,1991,11(4):207

(1995-12-12 收稿)

盐酸(+)-伪麻黄碱结晶新法

内蒙古通辽制药总厂(028007) 赵国君

水中成盐浓缩结晶是现行的盐酸(+)-伪麻黄碱成盐精制生产工艺^[1,2]。该工艺在精制结晶时需用 0.25MPa 的高温蒸汽压滤,因温度高,常有少量(+)-伪麻黄碱分解;且能耗大、危险。另外精制时所用水量仅为盐酸(+)-伪麻黄碱投入量的 0.2 倍,精制溶液粘度大,过滤时间长,造成滤液在冷却结晶时结块,晶体在结晶槽中打碎,才能离心甩干,洗涤、操作不便。且干燥成品时常有结块现象^[3]。

作者根据其易溶于水,特别是热水,而微溶于乙醇的特性。在 90%乙醇中精制,后经晶型调整、冷冻结晶,溶液中结晶体不结块。成品易干燥,晶体均匀,松散,质量好。

1 实验部分

取盐酸(+)-伪麻黄碱 20g,90%乙醇 50ml,搅拌加热溶解后,加入活性炭 0.5g,回流反应 30min,

过滤,用 2ml 95%乙醇洗涤滤饼,抽干。滤液回流搅拌 20min,冷却至有晶核析出后,冷冻结晶过夜,过滤,用 95%乙醇 5ml 洗涤,80℃干燥恒重,得产品 18.4g,收率 92%,mp183~186℃, $\alpha=61\sim62.5^\circ$ (水)。

2 小结

冷冻温度越低,(一般-10℃左右),析出结晶越完全。

乙醇浓度低时,收率下降。

本法可除去部分醇溶物,对提高质量有利。

参考文献

- 1 内蒙医药产品生产工艺汇编.1989.25
- 2 王昌利,等.中草药,1993,24(6):301
- 3 岳宁.医药工业,1983,(1):19

(1996-01-16 收稿)

安徽省高校科技函授部 中医大专班招生

经省教委批准继续面向全国招生,本着继承和发展祖国医学,培养具有专业技能的中医人才,选用 12 门全国统编中西医函授教材,与当前全国高等教育自考相配合,聘有专家教授进行教学,全面辅导和答疑。愿本部能成为你医学道路上的良师益友。凡具中学程度者均可报名,详情见简章。附邮 5 元至合肥市望江西路 6—008 信箱中函处,简章备索。邮编 230022 电话 0551-5569396