

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	2.33
9511046	0.42	0.42	0.41	2.38
9511047	0.42	0.42	0.43	1.68
9511048	0.30	0.31	0.31	2.28
9511049	0.40	0.42	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℃, $\alpha=61\sim 62.5^\circ$ (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