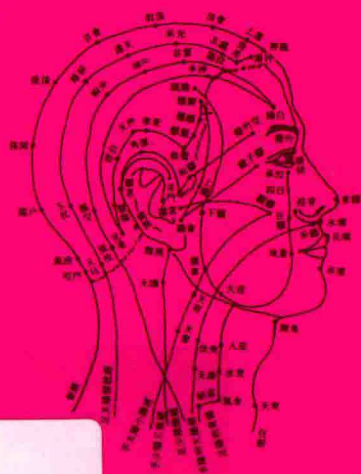
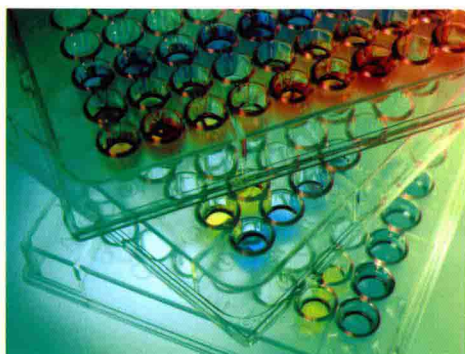
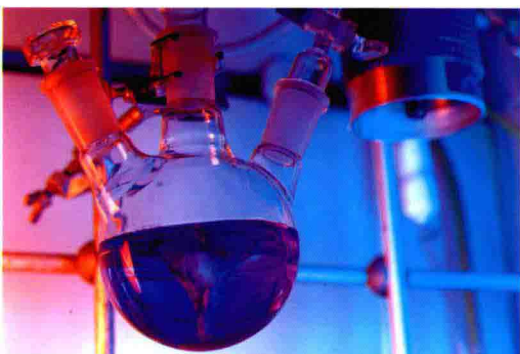


普通高等院校（中医药相关专业）实验教学指导

中药制剂分析 实验指导

崔春利 主编

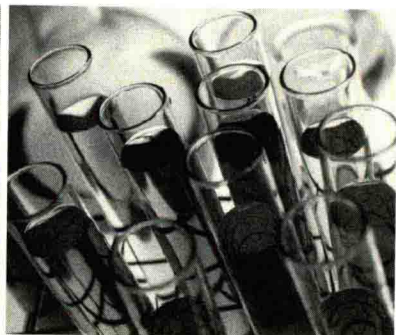
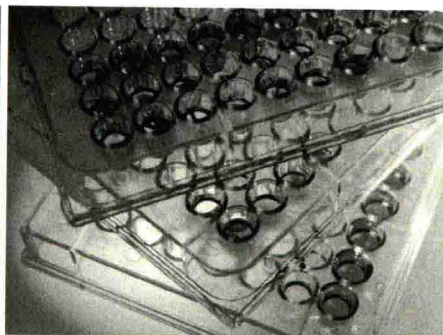
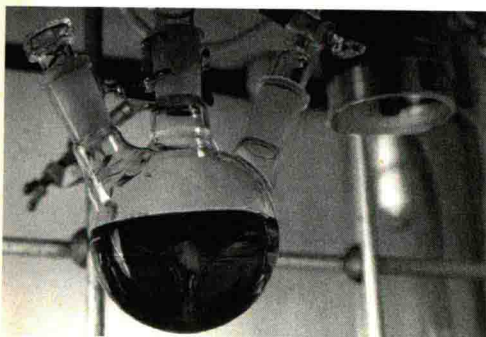


本书依据最新的全国高等中医药院校中药学专业教学大纲要求，结合2010年版《中国药典》与最新版《中药制剂分析》编写而成。内容整体分为两大部分：上编为相关理论与操作技能篇，主要对中药制剂分析实验的基本知识、基本操作进行了详细论述；下编为实验方法篇，主要介绍了中药制剂鉴别、检查、挥发油测定、含醇量测定、指纹图谱，总成分测定、主要大类单体成分测定及其它成分的测定等实验……

陕西科学技术出版社
陕西师范大学出版总社有限公司

普通高等院校（中医药相关专业）实验教学指导

中药制剂分析 实验指导



◎主 编 崔春利

◎副主编 杨 波

陕 西 科 学 技 术 出 版 社
陕西师范大学出版总社有限公司

图书代号 JC14N1378

图书在版编目(CIP)数据

中药制剂分析实验指导 / 崔春利主编. —西安: 陕西科学技术出版社,
2014.9

ISBN 978 - 7 - 5369 - 6245 - 3

I. ①中… II. ①崔… III. ①中药制剂学—药物分析—实验—高等
学校—教学参考资料 IV. ①R283 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 210241 号

中药制剂分析实验指导

崔春利 主编

责任编辑 / 都亚林 刘金茹

责任校对 / 张 佩

封面设计 / 鼎新设计

出版发行 / 陕西科学技术出版社

(西安市北大街 147 号 邮编 710003)

陕西师范大学出版总社有限公司

(西安市长安南路 199 号 邮编 710062)

网 址 / <http://www.snupg.com>

经 销 / 新华书店

印 刷 / 西安永琛快速印务有限责任公司

开 本 / 880mm × 1230mm 1/16

印 张 / 9

字 数 / 256 千

版 次 / 2014 年 9 月第 1 版

印 次 / 2014 年 9 月第 1 次印刷

书 号 / ISBN 978 - 7 - 5369 - 6245 - 3

定 价 / 20.00 元

读者购书、书店添货如发现印刷装订问题,请与陕西师范大学出版总社高教出版分社联系调换。

电 话:(029)85303622(传真) 85307826

普通高等院校(中医药相关专业)实验教学指导

编委会

总 主 编 王昌利

副总主编 卫 昊

编 委 会 (按姓氏笔画排序)

卫 昊 王 薇 王昌利 李 娜

吴建华 张 栓 赵 勤 赵忠孝

胡本祥 郭东艳 崔春利 程虎印

《中药制剂分析实验指导》

编委会

主 编 崔春利

副主编 杨 波

编 者 (以姓氏笔画排列)

马文龙 (杨凌示范区医院)

王小平 (陕西中医学院)

权利娜 (陕西中医学院)

刘红波 (陕西中医学院)

杨 波 (浙江中医药大学)

郑 洁 (汉中市3201医院)

侯淑珍 (陕西中医学院)

崔春利 (陕西中医学院)

主 审 赵海峰 (陕西中医学院)

总序

医药学类专业实践教学具有较强的学科综合性、技能实践性的特点,中医药学专业人才不仅要具有传统的中医药理论知识,更应具有良好的实践动手能力和科研创新能力,达到知识、能力、素质三者协调发展。实验教学是中医药学类专业教学的一个重要环节,是检验理论课教学内容的一种方法和手段,也是中医药学专业教学的重要环节和教学特色所在。

基于此,我们在中药学国家级专业综合改革试点项目、国家级特色专业建设点、陕西省专业综合改革试点项目、陕西省特色专业建设点、陕西省中药人才培养模式创新实验区等国家级、省级教育教学质量工程项目建设和陕西省中药饮片技术工程研究中心、陕西省中药基础与新药研究重点实验室、陕西省秦岭中草药应用开发工程技术研究中心等实验平台建设的基础上,组织相关院校专家共同编写了《普通高等院校(中医药相关专业)实验教学指导》。本教材在遵循上述教学理念的同时,实验内容编写突出实用性、系统性、可操作性、地域性等特点,引入部分陕西道地药材、“太白七药”的提取、鉴定与炮制等实验项目。同时,将实验教学和科学研究相结合,构建了新的知识框架体系,引入了部分科研方法,进行了知识更新,拓展了实验教学内容,突出了对学生实践能力和创新意识的培养。

本教材在编写过程中得到了第四军医大学、南京中医药大学、成都中医药大学、浙江中医药大学、江西中医药大学、辽宁中医药大学、甘肃中医学院、西藏民族学院、西安医学院、陕西国际商贸学院、杨凌职业技术学院、安徽中医药高等专科学校、陕西步长制药有限公司、咸阳市食品药品检测中心等单位及相关专家的大力支持,在此一并表示感谢。

由于学科知识交叉,编写时间仓促,编者水平有限,部分内容和方法还有待完善,需要在实践中进一步探索和总结,所以本套教材编写中难免存有错漏,恳请专家、同仁和使用者提出宝贵意见,以便修订完善。

王昌利

2014年8月

前言

本书依据最新的全国高等中医药院校中药学专业教学大纲要求,结合2010年版《中国药典》与《中药制剂分析》编写而成。内容整体分为两大部分:上编为相关理论与操作技能,主要对中药制剂分析实验的基本知识、基本操作进行了详细论述;下编为实验方法,主要介绍了中药制剂鉴别、检查、挥发油测定、含醇量测定、指纹图谱、总成分测定、主要大类单体成分测定及其他成分的测定等实验,最后就中药制剂分析的综合性与设计性实验进行了编写,实验项目包括实验目的、基本原理、仪器试药、实验步骤和思考题等内容。该书可供全国中医药高职高专三年制或五年制中药类、药学类、制药类专业使用,亦可供制药企业、医院药房或药品检验机构从事中药制剂分析及质量控制人员参考使用。

《中药制剂分析实验指导》首次作为规划教材编写出版,限于编者水平,书中难免有不足之处,敬请各院校师生和有关部门的药剂分析工作者,在使用过程中不断提出宝贵意见。

崔春利

2014年6月

上编 相关理论与操作技能

第一章 绪论	(2)
第一节 中药制剂分析实验简介	(2)
一、中药制剂分析实验的主要内容	(2)
二、中药制剂分析实验在培养学生实验能力中的地位和作用	(3)
三、中药制剂分析实验的任务和要求	(3)
第二节 中药制剂分析实验的基本操作技能	(3)
第二章 中药制剂分析实验基本知识	(5)
第一节 实验室规则及实验室安全	(5)
一、实验室规则	(5)
二、实验室安全	(6)
第二节 中药制剂分析实验基本知识	(6)
一、中药制剂分析常用计量单位及相关项目、要求	(6)
二、中药制剂常规质量检查项目	(10)
三、中药制剂分析常用分析技术	(20)
四、指导原则	(51)
第三章 中药制剂分析实验基本操作	(56)
第一节 中药制剂分析工作的基本程序	(56)
一、取样	(56)
二、供试品溶液的制备	(56)
三、供试品溶液的测定	(56)
四、原始记录和检验报告	(57)
第二节 中药制剂分析的基本实验操作注意事项	(57)
一、外观性状检验的操作方法注意事项	(57)
二、中药制剂的微量升华与荧光鉴别法注意事项	(57)
三、薄层色谱操作注意事项	(58)
四、高效液相色谱操作方法注意事项	(60)

下编 实验方法

第四章 中药制剂分析实验	(64)
第一节 中药制剂的鉴别实验	(64)
一、常用中药制剂的外观性状鉴别	(64)
二、中药制剂的显微鉴别	(64)
三、中药制剂的理化鉴别	(66)
第二节 中药制剂的检查实验	(69)
一、黄连上清丸中重金属、砷盐的检查	(69)
二、麻仁丸中砷盐的含量测定	(71)
三、附子理中丸中乌头碱的限量检查	(72)
四、三黄片中土大黄苷的检查	(73)
五、小青龙合剂中马兜铃酸 A 的含量测定	(73)
六、阿胶中挥发性碱性物质检查	(74)
七、丹参片中有机氯类农药残留量测定	(75)
八、固肠止泻丸中水分检查	(76)
第三节 中药制剂挥发油测定实验	(77)
一、正骨水中挥发油测定	(77)
二、丁香中挥发油测定	(78)
第四节 中药制剂含醇量测定实验	(79)
一、骨痛灵酊含醇量测定	(79)
二、三两半药酒含醇量测定	(79)
三、气相色谱法测定藿香正气水中乙醇含量	(80)
第五节 中药制剂指纹图谱研究实验	(81)
一、复方丹参滴丸的指纹图谱测定	(81)
二、注射用双黄连(冻干)的指纹图谱测定	(82)
第六节 中药制剂中总成分测定实验	(84)
一、大山楂丸中总黄酮的测定	(84)
二、产复康颗粒中总生物碱测定	(85)
三、颠茄酊中莨菪生物碱的含量测定	(86)
四、泌石通胶囊中多糖的测定	(87)
五、酸性染料比色法测定华山参片总生物碱的含量	(88)
六、柱色谱—紫外分光光度法测定万氏牛黄清心丸中总生物碱的含量	(89)
七、益母草口服液中水苏碱的含量测定	(90)
八、薄层扫描法测定九分散中士的宁的含量	(91)
第七节 中药制剂中单体成分测定实验	(92)
一、黄酮类:高效液相色谱法测定牛黄解毒片中黄芩苷的含量	(92)

二、黄酮类:薄层扫描法测定枳实导滞丸中橙皮苷的含量	(92)
三、蒽醌类:高效液相色谱法测定三黄片中大黄素、大黄酚的含量	(93)
四、皂苷类:薄层扫描法测定大山楂丸中熊果酸的含量	(94)
五、皂苷类:高效液相色谱法测定附子理中丸中甘草苷的含量	(95)
六、皂苷类:高效液相色谱法测定生脉胶囊中人参皂苷的含量	(96)
七、皂苷类:高效液相色谱法测定玉屏风口服液中黄芪甲苷的含量	(97)
八、生物碱类:高效液相色谱法测定洋金花中莨菪生物碱的含量	(97)
九、生物碱类:高效液相色谱法测定元胡止痛片中延胡索乙素的含量	(98)
十、生物碱类:高效液相色谱法测定舒筋丸中士的宁的含量	(99)
十一、生物碱类:薄层扫描法测定香连片中盐酸小檗碱的含量	(100)
十二、生物碱类:高效液相色谱法测定消银片中苦参碱的含量	(101)
十三、生物碱类:紫外分光光度法测定小儿宝泰康颗粒中贝母素甲的含量	(102)
十四、萜类:气相色谱法测定西瓜霜润喉片中冰片的含量	(103)
十五、萜类:气相色谱法测定冰硼散中冰片的含量	(103)
十六、无机物:龙牡壮骨颗粒中钙的含量测定	(104)
十七、无机物:西瓜霜润喉片中西瓜霜(SO_4^{2-})含量的测定	(105)
十八、无机物:冰硼散中朱砂(HgS)含量的测定	(106)
十九、生物制品:丹红注射液中丹酚酸 B 在大鼠血浆中的测定	(107)
第八节 其他类成分的分析实验	(108)
一、双黄连口服液中绿原酸的测定	(108)
二、双黄连栓中连翘苷的测定	(109)
三、复方丹参片中丹参酮 II_A 的测定	(110)
四、消炎利胆片中穿心莲内脂的测定	(110)
五、乌鸡白凤丸中芍药苷的测定	(111)
第五章 综合性实验与设计性实验	(113)
第一节 综合性实验	(113)
一、牛黄解毒片质量分析	(113)
二、双黄连口服液的质量分析	(115)
三、注射用双黄连(冻干)的质量分析	(116)
第二节 设计性实验	(119)
一、复方参麻胶囊质量标准研究	(119)
二、桂枝茯苓片质量标准研究	(119)
附 录	(121)
参考文献	(132)

上 编

相关理论与操作技

第一章 绪 论

第一节 中药制剂分析实验简介

中药制剂分析实验是在学生掌握分析化学、中药化学、中药鉴定学、中药药剂学等学科实验技能的基础上,使学生熟悉常用中药制剂的定性鉴别、检查和含量测定方法,重点是使学生掌握中药制剂分析方法的应用以及质量标准的制定,为进一步研究、整理、制定中药制剂质量标准打下一定的基础。

中药制剂分析实验就是要通过实验教学的方法进行中药制剂分析技术和技能的训练,培养实践工作能力。

一、中药制剂分析实验的主要内容

中药制剂分析实验包括验证性实验、综合性实验和设计性实验。通过实验,培养学生严肃认真的工作作风、实事求是的科学态度和独立分析问题、解决问题的能力,能熟练运用现代分析手段和方法(包括物理学、化学、生物学和微生物学等)对中药制剂的各个环节(原料、半成品及成品)进行质量分析,从而保障临床用药的安全有效。

1. 验证性实验

验证性实验是指对研究对象有一定了解,并形成了一定认识,为验证这种认识是否正确而进行的一种实验。验证性实验是强调演示和证明科学内容的活动,科学知识和科学过程分离,与背景无关,注重探究的结果(事实,概念,理论)而不是探究的过程;验证性实验强调实验操作和观察等个别智力技能。

验证性实验的目的是培养学生的实验操作、数据处理等技能,其内容主要包括中药制剂的鉴别(常用中药制剂的外观性状鉴别,中药制剂的显微鉴别,中药制剂的理化鉴别,等)、检查(中药制剂杂质的检查,水分检查,等)、含量测定(挥发油测定,总黄酮含量测定,总蒽醌含量测定,总生物碱测定,各类单体成分测定,等)等实验。

2. 综合性实验

综合性实验是指实验内容涉及本课程的综合知识或相关课程知识的实验,是基础知识和基本技能的综合应用。综合性实验的基础知识包括常见中药制剂的鉴别、检查、含量测定的原理及其方法,用于中药制剂分析的常见仪器的用途、使用方法,中药制剂分析中常见化学试剂的性质、存放,实验方案设计要点等;基本技能包括称量,溶液配制,常见中药制剂供试品的提取、分离、纯化,等。

综合性实验的目的是促使学生掌握中药制剂分析的各项实践技能,同时巩固所学理论知识,其内容主要包括牛黄解毒片质量分析、双黄连口服液质量分析等实验。

3. 设计性实验

设计性实验是指给定实验目的和实验条件,由学生自行设计实验方案并加以实现的实验。

设计性实验的目的是使学生了解常见中药制剂质量分析方案的设计,练习根据实验目的来自拟实验方法,自主完成实验的能力。其内容主要包括复方参麻胶囊质量标准研究、桂枝茯苓片质量标准

研究。

二、中药制剂分析实验在培养学生实验能力中的地位和作用

中药制剂分析实验是一门实践性很强的学科,能够促使学生加深对理论知识的理解,掌握中药制剂分析各项实验基本操作技能,熟悉常用中药制剂的定性鉴别、检查和含量测定方法,为进一步研究、整理、制定中药制剂质量标准打下一定的基础。

三、中药制剂分析实验的任务和要求

中药制剂分析实验的任务是使学生加深对中药制剂分析基本理论的理解,掌握中药制剂分析的基本操作技能,学习中药制剂分析实验的基本知识,养成严格、认真和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力,为将来参加工作打下良好的基础。为完成上述任务,提出以下要求。

(1)实验前认真预习,领会实验原理,明确本次实验的目的和要求,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。提前写好实验报告的部分内容,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录和进行数据处理。

(2)实验时要严格按照规范操作进行,仔细观察实验现象,认真记录有关数据。要善于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。

(3)要认真写好实验报告,实验报告要清楚、简练、整洁。

(4)学生进入实验室必须严格遵守实验室规则,服从带教老师的指导。

(5)爱护实验室的仪器设备,不准将实验室的仪器设备私自带出室外。使用时,经老师允许后,按照仪器使用说明书进行操作,使用完毕要进行登记。实验中如有仪器损坏应立即报告老师。

(6)严格遵守操作规程及实验时应注意的事项,在使用不熟悉其性能的仪器和药品之前,应查阅有关资料或请教指导教师,不要随意进行实验,以免损坏仪器,浪费试剂,使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。

(7)实验过程中应注意防火灾、防爆炸、防腐蚀、防污染工作,牢固树立“安全第一”意识。浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓酸溶解样品时,应在通风橱中操作。

(8)实验室严禁吸烟,不许会客,不许带入食物。

(9)使用易燃的有机溶剂时,应远离火焰和热源。低沸点有机溶剂应在水浴上加热,用过的此类溶剂应倒入回收瓶,不应倒入水槽。

(10)实验结束后,一切仪器试剂应放回原处,玻璃仪器要清洗干净,一些有毒、有腐蚀性的废液应倒入废液缸内。

(11)实验台面要擦拭干净,由值日生负责安全卫生工作,包括清理实验室,检查水、电的开关,清除垃圾和污物,关好门窗。之后方可离开实验室。

第二节 中药制剂分析实验的基本操作技能

中药制剂分析实验的基本操作技能系指能根据检品的剂型特点开展系统的、全面的质量评价分析的操作技术和能力。判断一个药物的质量是否符合要求,必须全面考虑鉴别、检查、含量测定等技术的检测结果。这些检测结果的可靠性,又是建立在基本操作技能的基础上,过硬的基本操作技能是进行药品全面质量检测与研究的基本条件,也是使药品质量标准真正符合法规要求的必要条件。否则会使合格的产品被误认为“不合格”,给生产单位造成不必要的损失;或者使不合格的产品被误认为“合格”,危害更大。

中药制剂分析实验课是培养学生掌握好基本操作技能的重要教学环节。学生在校期间经过了中药制剂分析基础理论的学习和基本技能的严格训练,从而获得检验和研究药品质量的基本思路和方法。通过中药制剂分析实验的基本操作技能的培养,学生对影响检验结果准确性的每个细小的环节能够深刻领悟,如精密称定操作中是否考虑天平的台面水平的核准、手汗对称量纸的影响等等。总之,通过实验教师精心的示教,学生反复地动手操作,为今后做好药品质量的控制和提高工作打下坚实的基础。

中药制剂分析实验将选择一些有代表性的内容,包括鉴别、检查和含量测定,以《中国药典》和《中国药品检验标准操作规范》中的分析方法为主要内容,加强对学生的基本操作的训练。中药制剂分析的对象大多是复方中药制剂,被测成分相对含量低、干扰大,会给分析工作带来一定的难度,再者有些分析方法(如薄层色谱法)易受众多因素影响,有时结果重复性、可控性不太理想,要想获得可靠、准确、重复性好的分析结果,需要学生有过硬的基本操作技能,规范的操作理念,科学、严谨的工作作风,以满足药品检验和药品研究工作的实际需求。

同时,实验基本操作中的术语应规范、准确,与《中国药典》相一致。学生应学会以教材的科学理论来分析实验结果,并用规范语言进行实验结果的报告。

(王小平)

第二章 中药制剂分析实验基本知识

第一节 实验室规则及实验室安全

一、实验室规则

【实验要求】

(1) 实验前必须预习实验指导和有关理论,明确实验目的、原理、预期的结果,关键操作步骤及注意事项。

(2) 实验时要严肃认真专心操作,注意观察实验过程中出现的现象和结果,结果不良时,必须重做。

(3) 实验中,应及时将实验结果如实记录下来,并请老师当场审核。

(4) 实验结束后,根据实验结果进行科学分析,按时将实验报告交老师审阅。

【仪器保管及清洁】

(1) 常用仪器在首次实验时,按仪器清单进行清点,并负责保管。若有缺损可到实验准备室换领,实验中如有仪器破损必须登记,期末如数归还。

(2) 实验后,必须把玻璃仪器洗净放入柜内,按次序放置好,以提高工作效率并防止破损。

(3) 贵重仪器尤其要尽力爱护。非本次实验使用的仪器未经老师允许不得乱动;本次实验必须要用的仪器,在使用前要了解使用方法,严格遵守操作规程。

(4) 公用仪器如分光光度计、电动离心机等,每组同学使用时间不宜过长,以免妨碍其他同学使用。

(5) 玻璃仪器清洗:一般玻璃仪器都应用洗衣粉或去污粉洗涤;铬酸洗液勿用于普通玻璃仪器之洗涤,用过的铬酸洗液须加以保存,直到变为绿色方可弃之,其舍弃法与浓硫酸液相同;蒸馏水的使用,应遵循少量多次原则。

【试剂使用规则】

(1) 使用试剂前应仔细辨认标签,看清名称及浓度,是否为本实验所需要。

(2) 取出试剂后,立即将瓶塞盖好,切勿盖错;用好后放回原处,未用完的试剂不得倒回瓶内。

(3) 取标准溶液时,应先将标准液倒入干净试管中,再用清洁吸管吸取标准液,以免污染瓶中的标准溶液。

(4) 使用滴管时,滴管尖端朝下,切勿倒置以免试剂流入橡皮帽内。

(5) 使用有毒试剂及强酸强碱时,尽可能用量筒量取;若用吸管时要用吸球吸取,切勿用嘴吸取,以免造成意外。

【废弃物处理】

(1) 所有固体废物如用过的滤纸、碎屑沉淀物等必须弃于垃圾桶中。

(2) 浓酸必须弃于小钵中,用水冲淡,然后倒入水池中。

(3) 实验完成后的沉淀或混合物若含有可提取之贵重物品者,不可随意舍弃,应交教师保管。

【实验室清洁】

- (1) 实验室必须常保持清洁,不得随地吐痰、乱丢纸屑。
- (2) 实验后要清扫实验台面、地面,试剂瓶要摆放整齐。
- (3) 下课后由值日生打扫卫生,经教师检查合格后,方能离开实验室。

二、实验室安全

在中药制剂分析实验中,常使用甲醇、乙醇、乙醚、石油醚等易挥发、易燃、有毒的有机溶剂及易碎的玻璃仪器,操作不慎,容易发生安全事故。常见事故有火灾、爆炸、外伤、中毒等,为防止事故发生,必须随时注意以下几点。

- (1) 在使用或存放易燃、易挥发的有机溶剂时,必须远离明火。
- (2) 不得在烘箱内干燥带有有机溶剂的仪器和物品。
- (3) 发烟或产生有毒气体的实验,均应在通风柜内进行,以免对人体造成危害。
- (4) 卤代甲苯、苯、苯胺、甲醇、二硫化碳、汞、铅等均为有毒或剧毒药品,一般中毒途径为消化道、呼吸道及皮肤吸收,因此在取用时,注意不要洒在外面,保持良好的通风状况,切不可随意乱倒。
- (5) 回流或蒸馏易燃有机溶剂时,瓶内液量不超出三分之二,不能使用明火加热,应根据情况选用水浴、油浴或沙浴。加热前要在溶液内放入沸石,防止暴沸,但在加热途中不得加入沸石或活性炭,否则也会暴沸。
- (6) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正规;回流时,冷凝水是否通畅,装置各接口是否漏气;若在常压下进行回流,装置必须与大气相通,不能密闭。
- (7) 使用电器设备(如电烘箱、真空泵等)及各种分析仪器时一定要弄清电路及操作规程,不懂就问,切勿自作主张。
- (8) 若发生酸碱灼烧事故,应先用大量自来水冲洗。酸灼伤者用饱和 NaHCO_3 溶液中和,碱灼伤者用饱和 H_3BO_3 溶液中和,氧化剂伤者用 NaS_2O_4 处理。
- (9) 离开实验室前必须关好窗户,切断电源、水源,以确保安全。

实验室一旦发生火灾事故,应保持镇静,切勿惊慌失措,根据起火性质应立即采取各种相应措施,减少事故损失。首先要立即断绝火源(如电源等),并移开周围的易燃物质。少量溶剂(几毫升)着火,可任其烧完;小口容器内溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄;小火可用湿布或黄沙盖熄;火较大时应根据情况采用下列灭火器:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器。无论何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。油浴或有机溶剂着火时绝不可用水浇,避免使火势蔓延。若衣服着火,切勿奔跑,赶快脱下衣服或用厚的外衣包裹致熄。较严重者应躺在地上(以免火焰烧向头部)用防火毯紧包致熄,或用水冲淋。

第二节 中药制剂分析实验基本知识

一、中药制剂分析常用计量单位及相关项目、要求

为了保证药物分析结果的准确性和可靠性,现将《中国药典》中对一些常用计量单位、基本操作中的专用术语和相关项目、要求等的规定列举如下:

1. 标准规定

(1) 药材的质量标准,一般按干品规定,特殊需用鲜品者,同时规定鲜品的标准,并规定鲜品用法与用量。

(2) 药材原植(动)物的科名、植(动)物名、拉丁学名、药用部位(矿物药注明类、族、矿石名或岩石名、主要成分)及采收季节和产地加工等,均属该药材的来源范畴。

药用部位一般系指已除去非药用部分的商品药材。采收(采挖等)和产地加工系对药用部位而言。

(3) 药材产地加工及炮制规定的干燥方法如下:①烘干、晒干、阴干均可的,用“干燥”;②不宜用较高温度烘干的,则用“晒干”或“低温干燥”(一般不超过 60℃);③烘干、晒干均不适宜的,用“阴干”或“晾干”;④少数药材需要短时间干燥,则用“暴晒”或“及时干燥”。

制剂中的干燥系指烘干,不宜高温烘干的用“低温干燥”。

(4) 同一名称有多种来源的药材,其性状有明显区别的均分别描述。先重点描述一种,其他仅分述其区别点。

分写品种的名称,一般采用习用的药材名。没有习用名称者,采用植(动)物中文名。

(5) 性状项下记载药品的外观、质地、横断面、臭、味、溶解度以及物理常数等。

①外观性状是对药品的色泽和外表的感官描述,如对药品的细度或色泽等需作严格控制时,应在检查项下另作具体规定。

②溶解度是药品的一种物理性质。各品种项下选用的部分溶剂及其在该溶剂中的溶解性能,可供精制或制备溶液时参考。对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控制时,应在该品种检查项下另作具体规定。

药品的近似溶解度以下列名词表示:

极易溶解	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂不到 1 mL 中溶解;
易溶	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂 1 ~ 不到 10 mL 中溶解;
溶解	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂 10 ~ 不到 30 mL 中溶解;
略溶	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂 30 ~ 不到 100 mL 中溶解;
微溶	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂 100 ~ 不到 1000 mL 中溶解;
极微溶解	系指溶质 1 g (mL) 能在溶剂 1000 ~ 不到 10 000 mL 中溶解;
几乎不溶或不溶	系指溶质 1 g (mL) 在溶剂 10 000 mL 中不能完全溶解。

试验法:除另有规定外,称取研成细粉的供试品或量取液体供试品,置于 25℃ ± 2℃ 一定容量的溶剂中,每隔 5 min 强力振摇 30 s;观察 30 min 内的溶解情况,如看不见溶质颗粒或液滴时,即视为完全溶解。

③物理常数包括相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值等;测定结果不仅对药品具有鉴别意义,也反映药品的纯度,是检定药品质量的主要指标之一。

(6) 鉴别项下包括经验鉴别、显微鉴别和理化鉴别。显微鉴别中的横切面、表面观及粉末鉴别,均指经过一定方法制备后在显微镜下观察的特征。

(7) 检查项下规定的各项系指药品在加工、生产和贮藏过程中可能含有并需要控制的物质或物理参数,包括安全性、有效性、均一性与纯度要求四个方面。

各类制剂,除品种项下另有规定外,应符合各制剂通则项下有关的各项规定。

(8) 药材未注明炮制要求的,均指生药材,应按附录药材炮制通则的净制项进行处理。某些毒性较大或必须注明生用者,在药材炮制及制剂处方中的药材名前,加注“生”字,以免误用。

(9) 性味与归经项下的规定,一般是按中医理论对该药材性能的概括。

(10) 药材及制剂的功能与主治系以中医或民族医学辨证施治的理论和复方配伍用药的经验为主所做的概括描述,并在临床实践的基础上适当增加了新用途。此项规定仅作为指导用药的参考。

(11) 药材的用法,除另有规定外,均指水煎内服;用量系指成人一日常用剂量,必要时可根据需要