

中药质量研究

ZHONGYAO FENXI

中药 分析 技术

主编 张振秋 覃芳



辽宁大学出版社

· 中药质量研究 ·

中药分析技术

主 编 张振秋 覃 芳

副主编 刘绍贵 姚灿和 王铁民 李 锋

辽宁大学出版社

1996. 2. 沈阳

(辽)新登字第9号

图书在版编目(CIP)数据

中药分析技术 中药电泳技术/张振秋 覃芳 主编. —沈阳:
辽宁大学出版社, 1996. 3

(中药质量研究)

ISBN 7-5610-3158-0

I. 中… I. 张… 中药化学成分-分析(化学)②中药
化学成分-电泳-分离 N. R284

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 05039 号

中药分析技术

主编 张振秋 覃芳

辽宁大学出版社出版发行(沈阳市崇山中路66号)

中国科学院沈阳分院印刷厂印刷

开本: 787×1092 1/32 印张: 13.75 字数: 290千

1996年3月第1版 1996年3月第1次印刷

印数: 1—1200

责任编辑: 董晋骞 封面设计: 邹本忠

责任校对: 合力

ISBN 7-5610-3158-0

R·53 定价: 17.30元

序

中成药是我国独具特色的民族医药瑰宝。千百年来,为保障人民健康发挥巨大作用。其疗效肯定,组方独特,不仅受到国内广大人民的欢迎,也日益走向世界。但长期以来缺乏理想分析方法和质量控制标准,有所谓“丸、散、膏、丹,神仙难辨”之说,这严重影响了中成药的生产和应用。科学进步,日新月异,随着现代仪器分析方法的进步,控制中成药质量的研究也有了长足的发展。我的学生张振秋副教授等在中成药分析的教学及研究上均有良好的建树,集多年经验广征博引,编成本书,该书内容丰富,资料翔实、文笔流畅,对于广大中成药分析工作者是一本很有实用价值的参考书,相信一定会受到读者的喜爱。

袁昌鲁 教授

1996年2月于辽宁中医学院

目 录

上篇 分析仪器

第一章 分析天平	(1)
第一节 天平的构造	(1)
第二节 天平的安装	(4)
第三节 天平的调整	(5)
第四节 天平的使用规则	(7)
第五节 天平的维护保养	(7)
第六节 主要技术数据	(8)
第七节 天平的称量使用	(8)
第八节 天平的校准	(10)
第九节 天平砝码的校准	(11)
第十节 天平的分级	(14)
第二章 容量分析仪器	(16)
第一节 滴定管	(17)
第二节 移液管和吸量管	(19)
第三节 容量瓶	(20)
第四节 容量分析仪器的校准	(22)
第三章 酸度计	(26)
第一节 PHS—2 型酸度计	(26)
第二节 PHS—2C 精密酸度计	(30)

第三节	其它型号酸度计	(36)
第四节	玻璃电极	(37)
第五节	甘汞电极	(39)
第六节	681 型磁力加热搅拌器	(39)
第四章	紫外—可见分光光度计	(41)
第一节	可见分光光度计的性能检查	(41)
第二节	72 型分光光度计	(46)
第三节	721 型分光光度计	(48)
第四节	可见紫外分光光度计的性能检查	(49)
第五节	751 型紫外分光光度计	(54)
第六节	7520 型分光光度计	(57)
第七节	WFD-10 双光束紫外分光光度计	(60)
第八节	710 型记录分光光度计	(66)
第九节	730 型紫外可见分光光度计	(66)
第十节	740 型数字分光光度计	(67)
第十一节	7230 分光光度计	(67)
第十二节	751GW 紫外/可见分光光度计	(68)
第十三节	7530G 分光光度计	(68)
第十四节	UV2501PC/UV2401PC	(69)
第十五节	7550 紫外—可见分光光度计	(72)
第十六节	756CRT 型紫外可见分光光度计	(72)
第十七节	760CRT 型双光束紫外可见分光 光度计	(73)
第五章	红外分光光度计	(76)
第一节	红外分光光度计性能检测	(76)
第二节	WFD-11 型光栅红外分光光度计	(77)
第三节	压片机	(82)

第四节	4010 红外分光光度计	(84)
第五节	岛津 FTIR-8201 付立叶变换红外分光 光度计	(85)
第六节	岛津 IR-435 红外分光光度计	(85)
第六章	荧光分光光度计	(85)
第一节	910 型荧光分光光度计	(87)
第二节	930 型荧光分光光度计	(89)
第三节	WFD-16 型荧光分光光度计	(91)
第四节	岛津 RF-1501 荧光分光光度计	(91)
第七章	原子吸收分光光度计	(92)
第一节	GGX-4 型微机塞曼石墨炉原子吸收分光 光度计	(97)
第二节	GGX-5 型微机火焰原子吸收分光 光度计	(94)
第三节	3200 原子吸收分光光度计	(95)
第四节	3208 原子吸收分光光度计	(95)
第五节	3500 原子吸收分光光度计	(96)
第六节	AA-6701/6601 岛津原子吸收分光 光度计	(97)
第七节	岛津 AA-6501S 原子吸收光谱仪	(100)
第八章	薄层扫描仪	(101)
第一节	CS-920 岛津高速薄层扫描仪	(101)
第二节	CS-910 薄层扫描仪	(104)
第三节	CS-930 型双波长薄层扫描仪	(107)
第四节	CS-9000 型薄层扫描仪	(110)
第五节	岛津 CS-9301PC 双波长飞点薄层 扫描仪	(110)

第九章 气相色谱仪	(114)
第一节 气相色谱仪性能检测.....	(114)
第二节 SP-2305 气相色谱仪	(117)
第三节 保留指数的测定.....	(125)
第四节 固定液的涂渍与色谱柱的填充.....	(126)
第五节 103 气相色谱仪	(127)
第六节 1002 气相色谱仪	(128)
第七节 1102 气相色谱仪	(129)
第八节 岛津 GC-RIA 气相色谱仪	(130)
第九节 HP5890 气相色谱仪	(134)
第十节 HP3392A 数据处理机	(135)
第十一节 GC-17A 岛津高性能气相色谱仪	(137)
第十二节 自动系统气相色谱仪.....	(139)
第十章 液相色谱仪	(145)
第一节 YZS-3 型液相制备色谱仪	(145)
第二节 高效液相色谱仪性能检查及柱参数 测定.....	(154)
第三节 YSB-2 型液相色谱仪	(156)
第四节 日立 655 液相色谱仪.....	(157)
第五节 LC-10A 系列岛津高效液相色谱仪	(160)
第六节 HP1100 液相色谱系统	(162)
第十一章 流动注射分析仪	(165)

中篇 分析方法

第十二章 滴定分析法	(167)
第一节 酸碱滴定法.....	(167)
1. 硫酸溶液的配制与标定.....	(167)

2. 盐酸溶液的配制与标定	(168)
3. 氢氧化钠溶液的配制与标定	(168)
4. 山楂中有机酸的含量测定	(170)
5. 制川乌中生物碱的含量测定	(170)
6. 止咳灵注射液中总生物碱的含量测定	(170)
第二节 非水滴定法	(172)
1. 高氯酸标准溶液的配制与标定	(172)
2. 盐酸麻黄碱及盐酸麻黄碱注射液的含量测定	(173)
第三节 沉淀滴定法	(174)
1. 硝酸银溶液的配制与标定	(174)
2. 硫氰酸铵溶液配制与标定	(175)
3. 白砷砂的含量测定	(175)
4. 盐酸麻黄碱片的含量测定	(176)
5. 苦杏仁中苦杏仁甙的含量测定	(177)
6. 小儿金丹片中 HgS 的含量测定	(177)
第四节 络合滴定法	(178)
1. EDTA 标准溶液的配制和标定	(178)
2. 锌标准溶液的配制和标定	(179)
3. 炉甘石中锌的含量测定	(180)
4. 白矾(明矾)中硫酸铝钾的含量测定	(180)
第五节 氧化还原滴定法	(182)
1. 碘代硫酸钠溶液的配制和标定	(182)
2. 碘溶液的配制和标定	(183)
3. 高锰酸钾溶液的配制和标定	(184)
4. 硫酸铈溶液的配制和标定	(185)
5. 重铬酸钾溶液的配制	(185)

6. 青黛中靛蓝的含量测定	(186)
7. 昆布中碘的含量测定	(186)
8. 胆矾中硫酸铜的含量测定	(188)
9. 磁朱丸中铁的含量测定	(189)
第十三章 重量分析法	(190)
第一节 一般检查法	(190)
1. 暑症片中水浸出物的测定	(190)
2. 刺五加浸膏中醇浸出物的测定	(190)
3. 桔梗中总皂甙的含量测定	(190)
4. 水溶性浸出物测定法	(191)
5. 醇溶性浸出物测定法	(192)
6. 红花中水分的测定	(192)
7. 丁香中水分的测定	(192)
8. 水分测定法	(193)
9. 葡萄糖干燥失重的测定	(194)
10. 干燥失重测定法	(195)
11. 黄芪中灰分及酸不溶性灰分的测定	(195)
12. 灰分测定法	(196)
13. 鞣质含量测定法	(197)
14. 炽灼残渣检查法	(197)
15. 杂质检查法	(198)
16. 灰屑检查法	(198)
17. 相对密度测定法	(198)
第二节 沉淀法	(200)
1. 芒硝中硫酸钠的含量测定	(200)
2. 重量分析沉淀法基本操作	(201)

第十四章 电化学法	(209)
第一节 电位滴定法	(212)
1. 乌梅中有机酸的测定.....	(212)
2. 盐酸麻黄碱的含量测定.....	(213)
3. 醋酸的电离常数测定.....	(215)
4. 苦参碱的电离常数测定.....	(216)
第二节 永停滴定法	(217)
磺胺嘧啶的含量测定.....	(217)
第三节 极谱法	(218)
1. 三黄片中有效成分的测定.....	(218)
2. 香连丸中黄连素的测定.....	(219)
3. 草乌中总生物碱的含量测定.....	(220)
第十五章 可见—紫外分光光度法	(222)
第一节 一般检查法	(223)
1. 蟾酥丸中砷的含量测定.....	(223)
2. 砷盐检查法.....	(224)
3. 重金属检查法.....	(228)
第二节 比色法	(231)
1. 半夏露中麻黄碱的含量测定.....	(231)
2. 增效黄连素胶囊中盐酸黄连素的含量测定.....	(231)
3. 华山参片含量测定.....	(233)
4. 新清宁片中总葱醌的含量测定.....	(234)
第三节 可见紫外分光光度法	(235)
1. 紫草中羟基萘醌总色素的含量测定.....	(235)
2. 清热解毒口服液中总黄酮的含量测定.....	(235)
3. 小儿热速清口服液中总黄酮的含量测定.....	(236)
4. 六味地黄丸中丹皮酚的含量测定.....	(237)

第四节 双波长联立方程法	(239)
1. 马钱子中士的宁的含量测定	(239)
2. 银黄口服液的含量测定	(239)
第五节 双波长等吸收点法	(240)
1. 清热解毒胶囊中黄芩甙的含量测定	(240)
2. 左金丸中小檗碱的含量测定	(241)
第六节 三波长法	(243)
1. 三黄片中盐酸小檗碱的含量测定	(243)
2. 痹症散中士的宁的含量测定	(244)
第七节 导数光谱法	(246)
1. 喉症丸中靛蓝的含量测定	(246)
2. 肝炎 I 号中绿原酸的含量测定	(248)
3. 喉症丸中蟾酥总蟾毒内脂的含量测定	(249)
4. 止咳糖浆中麻黄碱的含量测定	(251)
5. 儿童清肺口服液中麻黄碱类和黄芩甙类 成分测定	(253)
6. 牛黄解毒片中胆酸的含量测定	(255)
第八节 差示光谱法	(257)
1. 六味地黄丸中丹皮酚的含量测定	(257)
2. 足叶乙甙注射液的含量测定	(259)
第九节 正交函数法	(261)
1. 芫花根注射液中二萜原酸酯类的含量测定	(261)
2. 香连丸中小檗碱型生物碱的含量测定	(264)
第十节 系数倍率法	(266)
1. 九分散中士的宁和马钱子碱的含量测定	(266)
2. 双黄连注射液中黄芩甙、绿原酸、连翘甙的 含量测定	(267)

第十六章 其它分光光度法	(269)
第一节 荧光分光光度法	(269)
1. 复方补骨脂冲剂中补骨脂素的含量测定.....	(269)
2. 新型缩瞳药物包公藤甲素的含量测定.....	(271)
第二节 红外分光光度法	(272)
1. 艾纳香中 L-龙脑的含量测定.....	(272)
2. 棉籽及棉粕中棉酚的含量测定.....	(274)
第三节 原子吸收分光光度法	(275)
1. 熊胆中微量元素的测定.....	(276)
2. 猪苓的微量元素分析.....	(276)
3. 黄酒、米醋中微量元素的测定.....	(276)
第十七章 液相色谱法	(277)
第一节 柱色谱	(278)
1. 氧化铝活度测定法.....	(278)
2. 戊己丸中盐碱小檗碱的含量测定.....	(278)
3. 防己中汉防己碱的含量测定.....	(279)
第二节 纸色谱	(280)
第三节 薄层色谱	(281)
1. 知柏地黄丸中黄柏的鉴别.....	(281)
2. 赤芍中芍药甙的含量测定.....	(282)
3. 枳壳中橙皮甙和柚甙的含量测定.....	(283)
4. 蒜芪口服液中黄芪甲甙的含量测定.....	(285)
第四节 薄层色谱扫描法	(287)
1. 知母中菝葜皂甙元的含量测定.....	(287)
2. 胃安冲剂中延胡索乙素的含量测定.....	(288)
3. 热炎宁胶囊中大黄素的含量测定.....	(289)
4. 补脾益肠丸中补骨脂素的含量测定.....	(290)

5. 枳实导滞丸中橙皮甙的含量测定	(292)
6. 保肾甲丸中苯并(a)芘的含量测定	(292)
第十八章 其它色谱分析法	(296)
第一节 高效液相色谱法	(296)
1. 香加皮中 4-甲氧基水杨醛的含量测定	(297)
2. 九分散中麻黄碱和土的宁的含量测定	(297)
3. 香连丸中小檗碱的含量测定	(299)
第二节 气相色谱法	(301)
1. 牛黄解毒片中冰片的含量测定	(302)
2. 风油精中薄荷脑的含量测定	(304)
3. 六神丸中麝香酮和冰片的含量测定	(306)
4. 六味地黄丸中丹皮酚的含量测定	(307)
5. 六应丸中冰片、丁香酚的含量测定	(308)
6. 药酒中甲醇和正丙醇杂质的分析	(310)
7. 乙醇量测定法	(311)
第十九章 流动注射分析法	(312)
复方芦丁片的含量测定	(312)

下篇 分析数据的统计处理

第二十章 t 分布	(314)
第二十一章 平均值的精密度和置信区间	(317)
第一节 平均值的精密度	(317)
第二节 平均值的置信区间	(318)
第二十二章 可疑数的取舍	(321)
第一节 Q 检验法	(322)
第二节 狄克逊检验法	(323)
第三节 Grubbs 检验法	(323)

第四节	R/S 检验法	(325)
第五节	Chauvenet 检验法	(326)
第六节	四倍法	(326)
第二十三章	显著性检验	(327)
第一节	F 检验	(327)
第二节	t 检验	(329)
第三节	使用统计检验需注意的几个问题	(335)
第二十四章	有效数字及运算法则	(339)
第一节	有效数字	(339)
第二节	运算法则	(340)
第三节	数字修约规则	(341)
第二十五章	相关与回归	(342)
第一节	相关	(342)
第二节	回归	(345)

附篇

一、化学实验室中所用容器材料及其主要特性	(349)
二、化学试剂纯度的等级标准	(351)
三、化学试剂的包装规格与贮藏	(354)
四、常用酸碱试剂的浓度和密度	(362)
五、药品管理	(363)
六、化学灼伤、创伤、中毒急救措施	(375)
七、干燥	(378)
八、基准物质的干燥条件和应用	(383)
九、中药取样法	(385)
十、筛号、目数与筛孔内径对比及药粉粒度表	(387)
十一、各种贮存及加热条件	(389)

十二、溶解性试验法	(389)
十三、膨胀度测定法	(390)
十四、常用指示剂	(391)
十五、常用液相色谱吸附剂	(395)
十六、各类化合物纸色谱的展开剂及显色剂	(396)
十七、各类化合物薄层色谱的吸附剂、展开剂 及显色剂	(397)
十八、聚酰胺薄膜色谱常用溶剂系统	(407)
十九、常用色谱显色剂配制及显色方法	(408)

上篇 分析仪器

第一章 分析天平

分析天平是定量分析中最重要的分析仪器之一，每项定量分析工作都直接或间接地需要使用分析天平，常用的分析天平有阻尼天平、单盘电光天平、半自动电光天平、全自动电光天平和电子天平。这些天平在构造和使用方法上虽有些不同，但基本原理是相同的，都是根据杠杆原理设计制造的。

第一节 分析天平的构造

以 TG—328B 型电光天平为例，分立柱、横梁、天平箱及砝码四大部分。

1. 横梁部分

(1)横梁：是用质地轻而坚固，膨胀系数小的铜或铝合金制成的房梁状或桥拱状。

(2)玛瑙刀：共有三个，分别嵌在横梁的中央与两端。中央是固定的“支点刀”，刀口向下，两边是可以调整的“承重刀”刀口向上，三个刀口必须互相平行且在同一个平面上。

(3)重心调节螺丝：装在指针上部，可以上下移动，用它来调节天平的重心，从而改变天平的灵敏性。

(4)零点调节螺丝：装在天平梁上方或两端可以左右移动，用它来调节零点（即空载时天平平衡的位置）。

(5)光学投影装置：10 毫克以下的重量是利用光学装置，观