

15 min, 作为测试溶液。

2.7.2 测定波长选择: 在 200 ~ 700 nm 波长下扫描测试, 结果 510 nm 处有平滑的最大吸收峰, 故选择 510 nm 为测定波长。

2.7.3 标准曲线方程: 得回归方程为: $Y = 11.51 X - 0.0038$, $r = 0.9998$, 芦丁对照品线性范围 7.5 ~ 44.9 $\mu\text{g/ml}$ 。

2.7.4 精密性试验: 精密量取前述芦丁对照品溶液 6 份, 每份 4 ml, 按“2.7.1 项下方法配制测试溶液并在 510 nm 波长处测定各份溶液的吸光度, 计算各吸光度的 RSD 为 0.54%。

2.7.5 稳定性试验: 取 2 号药材粉末约 1 g, 精密称重后加甲醇 45 ml; 回流提取 1 h, 放冷、过滤到 50 ml 量瓶中, 用少量甲醇洗涤残渣, 洗涤液过滤并入 50 ml 量瓶中, 加甲醇到刻度, 得供试药材浓配液。精密量取浓配液 5 ml, 按“2.7.1 项下方法配制测试溶液, 并在 510 nm 波长处每隔 5 min 测定一次吸光度, 结果 40 min 内各吸光度的 RSD 值为 1.62%。

2.7.6 重复性试验: 取 2 号药材粉末 6 份, 每份约 1 g, 精密称重后按“2.7.1 项下方法配制测试溶液并在 510 nm 波长处测定, 通过回归方程计算总黄酮含量, 结果平均总黄酮含量为 0.68%, RSD 为 1.41%。

2.7.7 加样回收率试验: 取 2 号药材粉末 6 份, 每份约 0.8 g, 精密称重后加入芦丁对照品溶液 3 ml (0.561 mg), 按“2.7.1 项下方法配制测试溶液。将测试溶液在 510 nm 波长处测定, 结果平均总黄酮加样回收率为 98.77%, RSD 为 1.08%。

2.7.8 样品测定: 取本品约 1 g, 按“2.7.1 项下方法配制测试溶液并在 510 nm 处测定吸光度, 通过回归方程计算出药材总黄酮含量, 结果见表 2。

表 2 10 批榕树叶药材总黄酮含量测定结果

序号	总黄酮含量 (%)	序号	总黄酮含量 (%)
1	0.48	6	0.29
2	0.68	7	0.27
3	0.25	8	0.54
4	0.26	9	0.38
5	0.34	10	0.44
平均	0.39		

3 讨论

药材的水分、灰分、浸出物和有效成分含量是影响药材质量的主要指标, 综合以上实验结果和药材来源变化可能带来的偏差, 笔者建议对榕树叶药材的质量标准进行修订, 修订后的质量标准对榕树叶药材 TLC 鉴别的描述为: 层析板展开后置紫外灯 (365 nm) 下检视, 供试品色谱中, 与对照药材色谱相应 R_f 值位置上有一个以上相同颜色的主荧光斑点; 水分和总灰分含量都不得过 15.0%; 酸不溶灰分不得过 3.0%; 水浸出物、70% 乙醇浸出物都应大于 8.0%; 总黄酮含量以芦丁计应大于 0.25%。

参 考 文 献

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册. 上海: 上海科技出版社, 1988: 2529.
- [2] 国家中医药局《中华本草》编委会. 中华本草. 第二册. 上海: 上海科技出版社, 1999: 495-497.
- [3] 中华人民共和国卫生部药政局. 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂. 第 14 册. 北京: 化学工业出版社, 1997: 108-110.
- [4] 国家食品药品监督管理局网站. 基础数据库资料.
- [5] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准. 南宁: 广西科学技术出版社, 1990: 91.

(2008 - 01 - 16 收稿)

红外光谱快速鉴别真假地奥心血康胶囊

吴 垠, 赖宇红, 黄志娟

(广东省药品检验所, 广东广州 510180)

摘要 目的: 利用红外光谱技术快速鉴别真假地奥心血康胶囊。方法: 采用显微鉴别和红外光谱技术。结果: 方法操作简便, 均能快速分辨真假地奥心血康胶囊。结论: 红外光谱技术更优于显微鉴别方法。

关键词 红外光谱; 地奥心血康胶囊; 快速检验

中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 1001-4454 (2008) 09-1435-02

地奥心血康胶囊是薯蓣科植物黄山药 *Dioscorea Panthaica* Prain et Burkil 穿山薯蓣 *Dioscorea nippon-*

ica Makino 的根茎提取物经加工制成的中药制剂, 是用于预防和治疗心血管系统疾病的天然药物。其

基金项目: 广州市科技局资助项目 (2007Z2-E5061)

主要化学成分甾体皂苷具有活血化瘀、行气止痛的功效,能扩张冠状血管、改善心肌缺血,可用于预防和治疗冠心病、心绞痛及瘀血内阻之胸痹、眩晕、气短、心悸、胸闷、胸痛等病症。

地奥心血康胶囊为成都地奥制药集团有限公司独家产品,是国家中药保护品种,收载入国家药品标准已有十年^[1,2],因疗效好而被广泛用于预防和治疗心血管疾病。由于专属性的欠缺及市场需求量不断增加,给专业造假者带来可乘之机。近两年来,广东省药品检验所通过对由省药品监督管理局稽查处从制假窝点截获的样品进行检验(司法鉴定)中总结得出:外包装鉴别:正规产品的生产批号采用激光喷墨打印,如果包装上的生产批号用橡皮擦擦拭不掉、或有漏药粉现象,板面看起来不太干净及制作工艺粗糙等多为假药;内容物鉴别:正品内容物应为浅黄色或浅棕黄色粉末,假药色泽有的也在标准规定范围内,但可见混有植物纤维等;另可用手沾少许粉末,再沾少量水,正品应感觉有点黏稠;采用显微鉴别与红外光谱技术鉴别地奥心血康胶囊,能简便、专属、快速地做出判断。现将结果报道如下。

1 仪器与材料

OLYMPUS CX-41 显微镜(日本 Olympus); Spectrum one 傅立叶变换红外光谱仪(Perkin Elmer 公司);假地奥心血康胶囊(标示生产厂家:均为成都地奥制药集团有限公司制造,由省药品监督管理局稽查处提供,批号:0508044、06101024);正品地奥心血康胶囊(由成都地奥制药集团有限公司质检科提供,批号:0511042),黄山药皂苷提取物(中国药品生物制品检定所提供,批号:891-200001);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别 取内容物以水合氯醛装片,置显微镜下观察,正品除有较多的淀粉粒及不规则的浅黄色至浅棕黄色块状物(经酸水解滤过后的残渣在显微镜下仅可见浅黄色至浅棕黄色块状物),无其它植物组织。而伪品的掺假多样化,可查见植物纤维、导管、木栓细胞、矿物质、孢子、树脂道等。显微鉴别虽为非标准方法,但在指认伪品上,方法专属、操作简便。

2.2 红外光谱鉴别 采用压片法,取供试品与黄山药皂苷提取物各约 2 mg,分别加溴化钾 300 mg 作为分散剂,充分研磨混合均匀,压片,进行红外光谱测定。光谱条件:测定范围 4000 ~ 400 cm⁻¹,扫描信号:累加 4 次,光谱分辨率 4 cm⁻¹。由图 1 可

见,黄山药皂苷提取物与正品地奥心血康胶囊均在 812 cm⁻¹ 处有吸收峰。

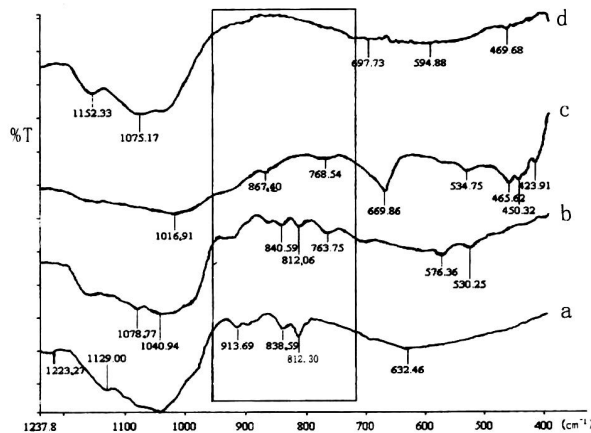


图 1 正品地奥心血康胶囊与伪品的红外光谱

a. 黄山药皂苷提取物 b. 正品地奥心血康胶囊(批号:0511042) c. 伪品地奥心血康胶囊(批号:06101024) d. 伪品地奥心血康胶囊(批号:0508044)

3 讨论

采用显微鉴别^[3]、薄层色谱鉴别及紫外光谱分析地奥心血康胶囊均已报道,对于加入植物粉碎成粉末的伪品地奥心血康胶囊,显微鉴别结果准确。但显微鉴别仅能描述镜下可查见物质形状,而采用与标准化合物的红外光谱对比的方法来做分析鉴定,具有鲜明的特征性,其谱带的数目、位置、形状和强度都随化合物不同而各不相同,波数值的精确度可达 0.01 cm⁻¹^[4]。其优势为快捷、灵敏,样品不需要进行复杂繁琐的前处理,试样用量少,检验成本低,操作简单,专属性好,结果准确,数秒钟内即可完成光谱扫描,能快速分辨真假地奥心血康胶囊。红外光谱技术可作为一种新的分析手段应用于地奥心血康胶囊的真伪鉴别,为打击制售假药的违法行为提供准确依据。

参 考 文 献

[1] 国家药典委员会. 卫生部新药转正标准. 第九册. 北京:人民卫生出版社, 1997.
[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部. 北京:化学工业出版社, 2005: 429.
[3] 翟铁宏, 廉景奎, 尹丽君. 两种伪品地奥心血康胶囊的鉴别. 时珍国医国药, 2003, 14(1): 27-28.
[4] 汤俊明, 孙淑琴, 袁子民, 等. 中药配方颗粒红外指纹图谱的无损快速鉴别研究. 光谱学与光谱分析, 2004, 24(5): 554-556.

(2008 - 01 - 16 收稿)