

药物分析：中药制剂的薄层扫描法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18246.htm 薄层扫描法是用一定波长的光照射在薄层板上，对薄层色谱有紫外光和可见光吸收的斑点，或经激发后能发射出荧光的斑点进行扫描，将扫描得到的图谱及积分数据用于药品的鉴别、检查和含量测定的方法。薄层扫描法具有分离效能高、快速、简便等特点，因而适用于中药的分析。薄层扫描法虽然精密度不如HPLC法高，但可作为补充，用于无紫外吸收，或不能用HPLC法分析的组分如人参皂甙、贝母生物碱等。试验条件的选择 薄层色谱条件：原则组分应完全分离，斑点对称，均匀，不拖尾。

(2) 检测方法：吸收测定法和荧光测定法两种。在可见、紫外区有吸收的组分，可在200~800nm范围内采用吸收测定法测定。有荧光的组分，可选择好激发光波长(λ_{ex})和发射波长(λ_{em})，用荧光法具有专属性强、灵敏度高和线性范围宽度等特点。(3) 测量方法：有反射法和透射法两种。

反射法是将光束照射到薄层斑点上，测量反射光的强度；反射光灵敏度较低，受薄层厚度影响较小，基线较稳，信噪比较大，因而使用较多。透射法受薄层厚度影响较大，且玻璃对紫外光有吸收，所以实际应用较少。(4) 扫描方式：有单波长和双波长两种。双波长是两束不同波长的光，一束测量样品称测定波长(λ_S)；另一束作为对照，称参比波长(λ_R)。

两束光通过斩光器交替照射到斑点上，以吸收度之差 A 定量。双波长可以消除薄层不均匀的影响，使基线变得平稳。测定波长一般选测定组分的最大吸收波长，参比波长

可选在组分无吸收的位置，若背景光谱中与 S 的等吸收处，可达到排除背景干扰的目的。单波长法通常用斑点吸收光谱的测定。扫描方式还有线性扫描和锯齿扫描：线性扫描是用一束比斑点略长的光作单向扫描，扫描速度快，但斑点形状不规则或浓度不均匀时误差大，主要用于荧光测定；锯齿扫描是用一微小的光束同时互相垂直的两个方向进行锯齿状扫描，由于光束小（ $1.25\text{mm} \times 1.25\text{mm}$ ），光束内部浓度差异可以忽略不计，因而受斑点形状和浓度分布的影响小。（5）

散射参数SX：由于薄层对光散射，其吸收度A和浓度KX之间不服从比尔定律，而符合K-M方程，其吸收度由于散射而减小，A-KX曲线偏向横轴，不成直线，其形状与SX有关。为测定方便。薄层扫描仪均装有线性化器，用于对工作曲线进行校正，使其成为直线。因此，测定时需输入散射参数SX值。不少薄层板的SX值已知。若未知，可根据校正结果判断（图）。

测定方法的选择 外标法：若标准曲线经过原点，可用一点法校正，如不通过原点，宜采用二点法校正，必要时用多点校正法。测定时，供试品溶液和对照品溶液应交叉点于同一薄层板上，供试品点样不少于4个，对照品每一浓度不少于2个。

内标法：内标法是将内标加入供试品溶液和对照品溶液中以其峰面积的比值作为定量依据。目前应用较少。

注意事项 影响因素较多，测定时应注意以下几点：薄层厚度应均匀，表面应平整，最好使用预制板；点样应准确，原点大小应一致；喷洒显色剂应均匀，量适中；并用胶布加以固定。

本法的线性范围较窄，应在其线性范围内测定。中国药典（95版）有17种药材和制剂用本法测定含量。示例 脑得生丸中人参皂甙的含量测定。精密称取供试品2g，置索氏提取器

中先用乙醚除去脂溶性杂质，再用甲醇连续回流提取人参皂甙，挥去甲醇，残渣加水溶解后，用正丁醇提取纯化，正丁醇减压回收后，残渣加甲醇溶解，作为供试品溶液；另取人参皂甙Rg1对照品，加甲醇制成每ml含0.5mg的溶液，作为对照液。吸取供试品溶液2~4 μ l，对照品溶液2 μ l和4 μ l分别交叉点于高效硅胶G薄层板上，以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5~10 放置12小时的下层液为展开剂，展开，取出，晾干。喷以10%硫酸乙醇溶液，110 加热至斑点颜色清晰，取出，在薄层板上盖同样大小的玻璃板，用胶布固定，照薄层扫描法测定，波长： S = 525nm， R = 700nm，测定供试品和对照品吸收度积分值，计算，即得。本法使用两点校正法，标准曲线可用计算器作线性回归处理，也可按下式计算，因 $m = aBa$ 故 $b = (m_1 - m_2) / (A_1 - A_2)$ ， $a = m_1 - bA_1$

高效液相色谱法 分离效能高、分析速度快，应用范围广，其准确度和重线性均优于薄层扫描法，是中药制剂含量测定的首选方法。95版一部已有12种药材和制剂用高效液相色谱法测定含量，并有增加趋势。色谱条件的选择多用反相高效液相色谱法（RP-HPLC），及非极性的固定相，其中以十八烷基键合硅胶（ODS）应用最多；使用甲醇-水或乙腈-水的混合溶剂作为流动相。使用反相色谱，制剂中极性的附加剂及其他干扰组分先流出，不会停留在色谱柱上污染色谱柱。若分离酸性组分，如丹参素、黄芩甙、甘草酸等，可在流动相中适量加入酸，如醋酸、磷酸，以抑制其解离；对酸性较强的组分，也可使用离子对色谱法，常用的反离子试剂有氢氧化四丁基铵等。若为碱性组分，如小檗碱、麻黄碱等，多采用反相离子对色谱法，在酸性流动相中加入烷基磺

酸盐，有机酸也可使用无机阴离子，如磷酸盐作为反离子。
一般使用紫外检测器，紫外检测器灵敏、稳定。100Test 下载
频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问
www.100test.com