

	1	2	3
模拟样品量 (g)	1.0326	0.9494	0.8000
含雄黄量 (g)	0.05090	0.04680	0.03944
硝酸钾量 (g)	3.0	2.5	2.0
测得As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> 量 (g)	0.05052	0.04434	0.03554
As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> 回收率 (%)	103.8	99.07	94.23

NO<sub>3</sub>溶液生成棕色Ag<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>沉淀后,加热与陈化的目的是使沉淀凝聚形成较大的结晶,便于过滤与洗涤。在过滤沉淀时用少许玻璃棉垫在滤纸上,大部份沉淀可浮在玻璃上,从而可加速过滤速度。

5. 测定样品中的朱砂含量,用双硫脲比色法,结果较易判断,需样品量较少。双

硫脲氯仿溶液的浓度在绘制标准曲线与测定样品时应完全一致,否则过剩的双硫脲与空白液的吸光度都不一致将使误差增大。

6. 由于玻璃仪器对汞有吸附作用,测定微量汞时,所用玻璃仪器每次使用前均需以1:1硝酸液浸泡过夜。

#### 参 考 文 献

1. 《中华人民共和国药典》 一部 110页 1985
2. 同上 298页 1985
3. 中国刑警学院毒物分析教研室编《毒物分析》群众出版社 171页 1986
4. J Basseff vogel's Textbook of Quantitative inorganic Analysis 4th ed P345 London Longman 1978

## 差热分析法鉴别天然牛黄与人工牛黄

第二军医大学药学院 林锦明 赵长文 张汉明

天然牛黄(Bos taurus demestieus Gmelin)是名贵中药,具有清热、解毒、镇惊、祛痰等独特功效。因货源紧缺,价格高达每公斤20万元,目前常以人工牛黄替代(每公斤价格1千元左右),由于人工牛黄的功效不及天然牛黄及它们的价格相差悬殊,因此对它们的鉴别具有实际的经济意义。

目前对牛黄的鉴别主要依据性状鉴别,显微鉴别及理化鉴别等方法<sup>(1)</sup>。由于天然牛黄与人工牛黄均为粉末状时,用上述方法难于鉴别。本文作者根据差热分析原理和方法,应用现代热分析技术对天然牛黄与人工牛黄做了DTA分析。快速,准确地实现了鉴别。

#### 实验部分

药品:天然牛黄与人工牛黄各三个粉末状样

品,均为从上海市药材公司购进,其中一个天然牛黄样品为直接从牛宰场购得的块状标本。

仪器:采用上海天平仪器厂生产的CDR-1型差动热分析仪。

实验条件:升温速率为10°C/min,记录仪走纸速度为2mm/min,量程为±100μV,气氛为静态空气,参比物为α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。

实验方法:每次实验样品量均约为6mg,置于样品坩锅中,坩锅为铝质圆盘状,直径为5mm,深为2.5mm,按实验条件程序升温,分别对天然牛黄与人工牛黄进行差热分析,得到一一对应的热图谱,每一个样品均重复三次。

### 结果与讨论

峰形均显示出有较好的再现性，见图1

结果：三个天然牛黄的热图谱，其特征

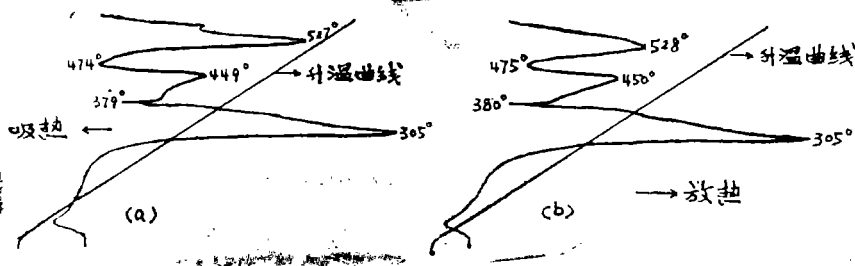


图1 (a) 为直接从牛宰场购得之天然牛黄热图谱；(b) 为二个粉末状天然牛黄热图谱

三个人工牛黄热图谱的峰形完全重复，有良好的再现性，如图2

现象发生，由于各种物质都有其基本的理化性质，因而也有基本的热图谱，因此同一物质具有相同的热图谱，而不同的物质，它们的热图谱是不一样的，即有各自的特征峰形，据此可以作为物质鉴定的依据<sup>(2)</sup>。本文工作就是根据上述原理，对天然牛黄与人工牛黄进行热分析。本法比传统方法更科学、客观和可靠，同时具有简便、快速、准确及试验用量很少等优点。

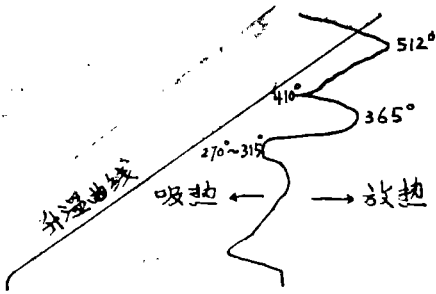


图2 三个人工牛黄热图谱

从图1及图2中可以看出，天然牛黄与人工牛黄的热图谱有显著的差别，各有其特征峰形。如天然牛黄在约305℃，449.5℃，527.5℃处有放热峰，在约379.℃，474.5℃处有吸热峰，这些峰形尖锐明显，而人工牛黄在上述温度下不具有这些特征峰。据此可以作为天然牛黄与人工牛黄鉴别。

热分析技术在药学上的应用，不仅仅只用于对物质的鉴定，它已广泛应用于药物研究和制药工业。可以预计，随着热分析技术的推广和应用，必将在药学领域中成为一种有效的质量控制手段。

#### 讨论：

李廷元教授对本文提了许多宝贵意见，特此致谢

热分析方法是依据物质在程序温度控制下升温，达到一定温度时总会发生物理和化学变化，而这种变化往往伴随着吸热或放热

#### 参考文献

1. 冯耀南等：常用中药材真伪鉴别，广东科技出版社 1988；P169-170
2. Pope M1 et al; Differential Thermal Analysis 1977 P82~83

## 血浆中甲氧氯普胺高效液相测定法

朱蓓德译 孔庆洪校

甲氧氯普胺为普鲁卡因酰胺的衍生物，是抗多巴胺活性的止吐剂。此药用来治疗恶心和放射治疗产生的胃肠道不良反应。但它

也会产生张力障碍反应，尤其是儿童。  
用于测定血浆中甲氧氯普胺的方法有好几种。根据灵敏度、专一性和分析的时间它