

## 2202 鞣质含量测定法

本法用于中药材和饮片中总鞣质的含量测定。实验应避免光操作。

**对照品溶液的制备** 精密称取没食子酸对照品 50mg，置 100ml 棕色量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，精密量取 5ml，置 50ml 棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1ml 中含没食子酸 0.05mg）。

**标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml、4.0ml、5.0ml，分别置 25ml 棕色量瓶中，各加入磷钼钨酸试液 1ml，再分别加水 11.5ml、11ml、10ml、9ml、8ml、7ml，用 29% 碳酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，放置 30 分钟以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 760nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

**供试品溶液的制备** 取药材粉末适量（按品种项下的规定），精密称定，置 250ml 棕色量瓶中，加水 150ml，放置过夜，超声处理 10 分钟，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，静置（使固体物沉淀），滤过，弃去初滤液 50ml，精密量取续滤液 20ml，置 100ml 棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

**测定法 总酚** 精密量取供试品溶液 2ml，置 25ml 棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加入磷钼钨酸试液 1ml”起，加水 10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量（mg），计算，即得。

**不被吸附的多酚** 精密量取供试品溶液 25ml，加至已盛有干酪素 0.6g 的 100ml 具塞锥形瓶中，密塞，置 30℃ 水浴中保温 1 小时，时时振摇，取出，放冷，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 2ml，置 25ml 棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加入磷钼钨酸试液 1ml”起，加水 10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量（mg），计算，即得。

按下式计算鞣质的含量：

$$\text{鞣质含量} = \text{总酚量} - \text{不被吸附的多酚量}$$

【附注】测定时，同时进行干酪素吸附空白试验，计算扣除空白值。

## 2203 桉油精含量测定法

照气相色谱法（通则 0521）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以聚乙二醇 20000（PEG-20M）和硅酮（OV-17）为固定液，涂布浓度分别为 10% 和 2%；涂布后的载体以 7:3 的比例（重量比）装入同一柱内（PEG 在进样口端）；柱温为 110℃ ± 5℃；理论板数按桉油精峰计算应不低于 2500；桉油精与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

**校正因子的测定** 取环己酮适量，精密称定，加正己烷溶解并稀释成每 1ml 含 50mg 的溶液，作为内标溶液。另取桉油精对照品约 100mg，精密称定，置 10ml 量瓶中，精密加入内标溶液 2ml，用正己烷稀释至刻度，摇匀，取 1μl 注入气相色谱仪，连续进样 3~5 次，测定峰面积，计算校正因子。

**测定法** 取供试品约 100mg，精密称定，置 10ml 量瓶中，精密加入内标溶液 2ml，用正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。取 1μl 注入气相色谱仪，测定，即得。

## 2204 挥发油测定法

测定用的供试品，除另有规定外，须粉碎使能通过二号至三号筛，并混合均匀。

**仪器装置** 如图。A 为 1000ml（或 500ml、2000ml）的硬质圆底烧瓶，上接挥发油测定器 B，B 的上端连接回流冷凝管 C。以上各部均用玻璃磨口连接。测定器 B 应具有 0.1ml 的刻度。全部仪器应充分洗净，并检查接合部分是否严密，以防挥发油逸出。

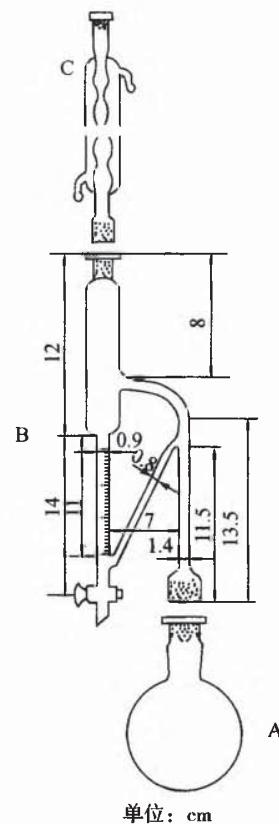


图 挥发油测定仪器装置

**测定法 甲法** 本法适用于测定相对密度在 1.0 以下的挥发油。取供试品适量（相当于含挥发油 0.5~1.0ml），称定重量（准确至 0.01g），置烧瓶中，加水 300~500ml（或适

量)与玻璃珠数粒,振摇混合后,连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器的刻度部分,并溢流入烧瓶时为止。置电热套中或用其他适宜方法缓缓加热至沸,并保持微沸约 5 小时,至测定器中油量不再增加,停止加热,放置片刻,开启测定器下端的活塞,将水缓缓放出,至油层上端到达刻度 0 线上面 5mm 处为止。放置 1 小时以上,再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度 0 线平齐,读取挥发油量,并计算供试品中挥发油的含量(%)。

**乙法** 本法适用于测定相对密度在 1.0 以上的挥发油。取水约 300ml 与玻璃珠数粒,置烧瓶中,连接挥发油测定器。自测定器上端加水使充满刻度部分,并溢流入烧瓶时为止,再用移液管加入二甲苯 1ml,然后连接回流冷凝管。将烧瓶内容物加热至沸腾,并继续蒸馏,其速度以保持冷凝管的中部呈冷却状态为度。30 分钟后,停止加热,放置 15 分钟以上,读取二甲苯的容积。然后照甲法自“取供试品适量”起,依法测定,自油层量中减去二甲苯量,即为挥发油量,再计算供试品中挥发油的含量(%)。

注:装置中挥发油测定器的支管分岔处应与基准线平行。

## 2301 杂质检查法

药材和饮片中混存的杂质系指下列各类物质:

1. 来源与规定相同,但其性状或药用部位与规定不符;
2. 来源与规定不同的物质;
3. 无机杂质,如砂石、泥块、尘土等。

**检查方法** 1. 取适量的供试品,摊开,用肉眼或借助放大镜(5~10 倍)观察,将杂质拣出;如其中有可以筛分的杂质,则通过适当的筛,将杂质分出。

2. 将各类杂质分别称重,计算其在供试品中的含量(%)。

**【附注】** 1. 药材或饮片中混存的杂质如与正品相似,难以从外观鉴别时,可称取适量,进行显微、化学或物理鉴别试验,证明其为杂质后,计入杂质重量中。

2. 个体大的药材或饮片,必要时可破开,检查有无虫蛀、霉烂或变质情况。

3. 杂质检查所用的供试品量,除另有规定外,按药材和饮片取样法称取。

## 2302 灰分测定法

**1. 总灰分测定法** 测定用的供试品须粉碎,使能通过二号筛,混合均匀后,取供试品 2~3g(如须测定酸不溶性灰分,可取供试品 3~5g),置炽灼至恒重的坩埚中,称定重量(准确至 0.01g),缓缓炽热,注意避免燃烧,至完全炭

化时,逐渐升高温度至 500~600℃,使完全灰化并至恒重。根据残渣重量,计算供试品中总灰分的含量(%)。

如供试品不易灰化,可将坩埚放冷,加热水或 10%硝酸铵溶液 2ml,使残渣湿润,然后置水浴上蒸干,残渣照前法炽灼,至坩埚内容物完全灰化。

**2. 酸不溶性灰分测定法** 取上项所得的灰分,在坩埚中小心加入稀盐酸约 10ml,用表面皿覆盖坩埚,置水浴上加热 10 分钟,表面皿用热水 5ml 冲洗,洗液并入坩埚中,用无灰滤纸滤过,坩埚内的残渣用水洗于滤纸上,并洗涤至洗液不显氯化物反应为止。滤渣连同滤纸移置同一坩埚中,干燥,炽灼至恒重。根据残渣重量,计算供试品中酸不溶性灰分的含量(%)。

## 2303 酸败度测定法

酸败是指油脂或含油脂的种子类药材和饮片,在贮藏过程中发生复杂的化学变化,生成游离脂肪酸、过氧化物和低分子醛类、酮类等产物,出现特异臭味,影响药材和饮片的感观和质量。

本方法通过测定酸值、羰基值和过氧化值,以检查药材和饮片中油脂的酸败度。

### 一、油脂提取

除另有规定外,取供试品 30~50g(根据供试品含油脂量而定),研碎成粗粉,置索氏提取器中,加正己烷 100~150ml(根据供试品取样量而定),置水浴上加热回流 2 小时,放冷,用 3 号垂熔玻璃漏斗滤过,滤液置水浴上减压回收溶剂至尽,所得残留物即为油脂。

### 二、酸败度测定

**酸值测定** 取油脂,照脂肪与脂肪油测定法(通则 0713)测定。

**羰基值测定** 羰基值系指每 1kg 油脂中含羰基化合物的毫摩尔数。

除另有规定外,取油脂 0.025~0.5g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲苯适量溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5ml,置 25ml 具塞刻度试管中,加 4.3% 三氯醋酸的甲苯溶液 3ml 及 0.05% 2,4-二硝基苯肼的甲苯溶液 5ml,混匀,置 60℃ 水浴加热 30 分钟,取出冷却,沿管壁缓缓加入 4% 氢氧化钾的乙醇溶液 10ml,加乙醇至 25ml,密塞,剧烈振荡 1 分钟,放置 10 分钟,以相应试剂作空白,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)在 453nm 波长处测定吸光度,按下式计算:

$$\text{供试品的羰基值} = \frac{A \times 5}{854 \times W} \times 1000$$

式中 A 为吸光度;

W 为油脂的重量, g;

854 为各种羰基化合物的 2,4-二硝基苯肼衍生物的摩尔吸收系数平均值。