

范围,絮凝剂用量分别为0.1、0.5、0.75、1、1.5 mg/mL,结果见图2。可以看出随着絮凝剂用量的增加,对鞣质去除率和马钱苷保留率的影响趋势大体相似,但壳聚糖絮凝剂优先絮凝鞣质大分子胶体粒子。絮凝剂用量既不能过大也不能过小,絮凝剂用量过小时,鞣质去除率很低,不能起到应有的絮凝作用。絮凝剂用量过大时,马钱苷的损失率会较大,同时药液中的微粒子被其包围,以致失去其在颗粒间发挥的架桥作用,使微粒处于再稳定状态,不能很好的絮凝鞣质。实验表明,絮凝剂最佳的加入量在0.4~0.8 mg/mL 较为适宜。

3 讨论

实验中综合考虑鞣质去除率和马钱苷保留率,结果1%壳聚糖絮凝山茱萸提取液的最佳絮凝条件为60℃,壳聚糖的用量为0.5 mg/mL,搅拌速度为200 r/min,较适宜的絮凝剂用量为0.4~0.8 mg/mL,且要达到最佳的絮凝效果,搅拌速度、絮凝剂用量和温度都需要一个合适的值。

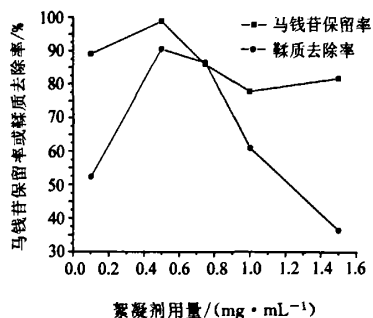


图2 壳聚糖用量对马钱苷保留率和鞣质去除率的影响

Fig. 2 Effect of chitosan doses on loganin retention rate and tannin removal rate

壳聚糖絮凝山茱萸水提液在除鞣质方面优点突出,这对制剂工业尤其是口服液和注射剂具有现实意义。壳聚糖絮凝工艺除鞣质现实可行。

参考文献:

- [1] 徐丽华,彭国平. 山茱萸水煎醇沉工艺的正交实验研究[J]. 南京中医药大学学报:自然科学版, 2000, 16(5): 291-292.
- [2] 王健,徐自升,毛宏亮. 中药注射液中鞣质去除方法的探讨[J]. 基层中药杂志, 2001, 15(5): 51-52.

瓦楞子纳米颗粒粒度的测定研究

王磊¹,张荣新²,江亭¹,陈立宗¹

(1. 山东省分析测试中心,山东 济南 250014; 山东省卫生厅卫生监督所,山东 济南 250014)

瓦楞子异名坩壳、瓦屋子、瓦垄子、蚶子壳、花壳、瓦垄蛤皮,为蚶壳动物魁蚶 *Arca inflata* Reeve、泥蚶 *A. granosa* Linnaeus 及毛蚶 *A. subcrenata* Lischke 的贝壳。具有消痰化瘀、软坚散结、制酸制痛的功效,主治瘰病、瘰癧、瘰癧块、顽痰久咳、胃痛吐酸、牙疳、外伤出血、冻疮^[1]。其化学成分组成为方解石、文石和石英,其中方解石和文石(CaCO_3)占大量。纳米粉末材料一般指粒度在100 nm以下的粉末或颗粒,其许多物理性能、化学性能、力学性能都与组成的颗粒度或晶粒度有关。对于纳米微粒的颗粒及颗粒度仍存在概念上和意义上的差异问题^[2],如从概念上分有晶粒、一次晶粒、团聚体和二次颗粒等,从定义上分有体积等效直径、投影面积直径等。本实验用X射线衍射线线宽法、透射电镜观察法和激光粒度测试法对超微技术结合二次超细制备的瓦楞子纳米粉的颗粒粒度进行测定,并比较了各种方法的优缺点。

1 仪器与药品

日本理学电机 D/max-rB 型 X 射线衍射仪,济南微纳仪器有限公司 winner2000 型激光粒度分析仪,日本 H-800 高分辨电镜透射电子显微镜,济南天宇专用设备有限公司 BFM-6 型振动磨机,日本旭医疗技术有限公司 T108-CT 仪。

瓦楞子购于济南宏济堂大药店,经山东省中医药大学袁久隆教授鉴定为产于山东地区的毛蚶 *A. subcrenata* Lischke 的贝壳。

2 方法与结果

2.1 瓦楞子纳米颗粒粉末的制备:取瓦楞子 500 g,先放入粉碎机内进行粉碎,然后采用振动磨机,利用振动使介质产生振动冲击及介质回转,使粉料得到正向撞击的同时又得到剪切力、高速、高能量进行粉碎,从而制备出瓦楞子纳米颗粒粉末 490 g,产品得率为 98% 以上。在干燥器皿中存放,备用。

2.2 X 射线衍射线线宽法测定:衍射仪条件为 Cu

靶 Ka 线,管压 40 kV,管流 100 mA,波长 0.154 6 nm,测角仪精度为 $\pm 0.02^\circ$,扫描角度为 $20^\circ\sim 70^\circ$ 。纳米瓦楞子粉的 X 射线衍射图谱见图 1、2。可见瓦楞子粉中除含方解石和文石(98%以上)外,还含有石英(2%以下)。方解石、文石及石英的标准 X 射线衍射射线数据见表 1、2。

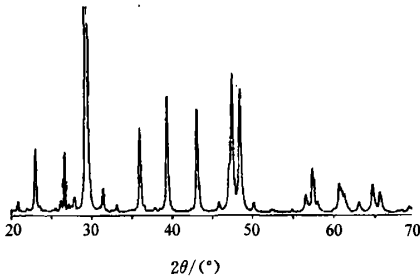


图 1 纳米瓦楞子粉的 X 射线衍射图

Fig. 1 X-ray Diffraction patterns for corrugated nano-powder

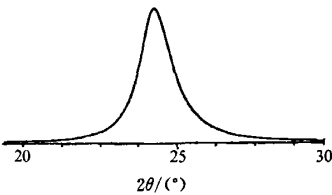


图 2 纳米瓦楞子粉 XRD 图谱

Fig. 2 X-ray Diffraction patterns for corrugated nano-powder

表 1 方解石、文石的标准 X 射线衍射线

Table 1 Standard X-ray diffraction lines of calcite and aragonite

d/Å	谱线强度	d/Å	谱线强度
3.860	102	2.495	110
3.035	104	2.285	113
2.845	006	1.913	108

表 2 石英标准的 X 射线衍射线

Table 2 Standard X-ray diffraction lines of quartz

d/Å	谱线强度	d/Å	谱线强度
4.250	100	1.817	112
3.343	101	1.541	211
2.458	110		

在图 2 中,除了 CaCO_3 的谱线外未发现其他谱线。根据谢导公式: $d=0.89\lambda/\beta\cos\theta$,其中 λ 为 X 射线衍射射线的波长; d 为晶粒大小; β 为衍射线半高宽处的积分强度。 β 需选取低角度 X 射线衍射线($20^\circ\leq 50^\circ$)进行计算。选择 CaCO_3 的(100) 峰进行计算, β 值在计算时,需从测量的峰的半高宽(B_M)中扣除仪器宽化(B_S)的影响,取 $B=B_M-B_S=B_M-0.15=4.64-0.15=4.49$ rad。 $2\theta=29.36^\circ$,计算得 $d=29.36$ nm,

纳米瓦楞子粉的晶粒平均尺寸为 29.36 nm。

2.3 激光粒度测试法:测试仪条件为激光器波长 632.8 nm,仪器准确度误差小于 3%,重复性误差小于 3%,测试粒径范围 0.1~1 000 μm 。纳米瓦楞子粉的激光粒度分析测试结果见图 3。可知激光粒度分析得到的粒径比 X 射线衍射分析得到的粒径大得多。

图 3 纳米瓦楞子粉的激光粒度分析图谱

Fig. 3 Laser analysis of size for corrugated nano-powder

2.4 透射电镜观测法(TEM):透射电镜条件为加速电压 150 kV,点分辨率 4.5 Å。纳米瓦楞子粉的 TEM 照片见图 4。可以看出,纳米瓦楞子粉(CaCO_3)颗粒基本呈球形或椭球形。最小的颗粒约为 30 nm,最大的颗粒约为 500 nm。通过统计分析,其中粒度在 80~120 nm 占的最多。

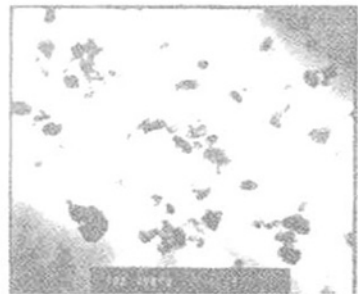


图 4 纳米瓦楞子粉的透射电镜图

Fig. 4 HREM Image for corrugated nano-powder

2.5 CT 值测定法:测试条件 KV=130, mAs=160, W=200, C=40, T=10.8, GT=0.0, SL=8.0/2.0。在日本旭医疗技术有限公司产 T108—CT 仪上进行了纳米瓦楞子粉的颗粒度与 CT 值之间的对照分析,其结果见表 3。可知纳米瓦楞子粉的颗粒度与 CT 值之间存在着一定的关系,粒度越小其 CT 值越大,更详细的内容将另文介绍。

3 讨论

X 射线衍射线线宽法是测定颗粒晶粒度的最好方法。当颗粒为单晶时,该法测的是颗粒度;颗粒为

表 3 纳米瓦楞子粉颗粒度与 CT 值的关系

Table 3 Relationship of corrugated-nanometer particles of powder and CT analysis

样品	形态	颗粒度/nm	CT 值/Hu
1#	粉	~80	48
2#	粉	~120	166
3#	粉	~240	198
4#	粉	~300	262

多晶时,该法测的是组成单个颗粒中的单个晶粒的平均晶粒度。电镜观察法测量得到的是颗粒度而不是晶粒度,是个数平均粒度,它是检测纳米粒子大小及分布最常用和最直观的手段,它测定的结果准确与否,直接取决于纳米粒子的分散状况。在一般情况下,它测定的是多个晶粒衍射图像的直径,如果纳米粒子分散的好,就能变成单个晶粒,TEM 得到的必是单个晶粒的衍射图像,那么测定得到的则是晶粒

直径,即晶粒度,而且他还可以观察纳米粒子的形貌,甚至微观结构。

用超微技术结合其他方法制备的纳米瓦楞子粉主要是三方晶体的方解石,外貌呈球形或椭圆形,纳米瓦楞子粉的颗粒 80% 以上为纳米级颗粒,它们分布在 30~120 nm。纳米瓦楞子粉的颗粒度与 CT 值之间存在着一定的关系,粒度越小其 CT 值越大。

通过本次实验的比较证明,在对纳米粒子的大小表征分析中,透射电镜观察法最直接,也是最好的方法,这是因为在纳米粒子的最终应用中,通常所关心的是颗粒度而不是晶粒度。

参考文献:

- [1] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编[M]. 北京:人民卫生出版社,1975.
- [2] 张里德. 纳米碳精材料和纳米碳精结构[M]. 北京:科学出版社,1983.

参茸白凤丸质量控制方法的研究

宋新波,张丽娟,李 锦,李 佳,舒树苗,余宝林

(天津中医药大学,天津 300193)

参茸白凤丸是《中国药典》2005 年版一部收载的传统成方制剂,有大蜜丸和水蜜丸两种剂型,是由人参、鹿茸、党参、当归、熟地黄、黄芪、白芍、延胡索、葫芦巴、续断、白术、香附、砂仁、益母草、黄芩、桑寄生、甘草 18 味中药组成。具有益气补血,调经安胎之功能,用于气血不足,月经不调,经期腹痛,经漏早产等症。本实验对参茸白凤丸进行了显微鉴定,检出全方 18 种组成药味。针对此成药处方大、药味多、干扰大的特点,在实验过程中必须避开交叉,排除干扰,选取各药具有鉴别价值的显微特征,进行显微摄影,并绘制墨线图。同时,研究了其中白芍、白术、甘草、延胡索的薄层色谱行为,与显微鉴定结论吻合。采用 HPLC 法建立了参茸白凤丸中甘草酸的测定方法。结果表明方法专属性较强,能够有效地控制参茸白凤丸中的质量。

1 显微鉴定

Olympus CX41 生物显微镜,参茸白凤丸由广州陈李济药厂生产,批号 YKJ04002、WKM04001。

以水溶解蜜丸,滤过后制备粉末制片,镜下观察各药味的鉴别特征。见图 1。

白芍:a 含糊化淀粉粒的薄壁细胞,细胞壁清晰可见,单个离散,淀粉粒全部糊化。b 木纤维,中部较粗,近两端斜窄,边缘稍不平整,末端钝圆,壁孔圆形。

白术:a 菊糖,类呈扇形,隐约可见放射状纹理。b 石细胞,为木栓石细胞,淡黄色,细胞壁较厚,层纹可见,孔沟及胞腔明显。

川芎:木栓细胞,类多角形,黄色,壁薄,波状弯曲。

当归:纺锤形韧皮薄壁细胞,壁较一般薄壁细胞厚,非木化,有极细微的斜向交错网状纹理,中间有菲薄稍弯的横隔。

地黄:薄壁细胞,淡灰棕色,大多褶皱,形状不规则。

党参:a 乳汁管,乳汁管内及周围细胞中充满油滴状物及细颗粒状物。b 石细胞,大多一边尖突,纹孔稀疏,孔沟明显,呈多角形或长方形。

人参:木栓细胞,类方形、类长方形或多角形,壁薄,细波状弯曲。

甘草:a 晶鞘纤维,纤维束周围的细胞中,含有草酸钙方晶,形成晶鞘纤维,微木化或非木化。b 木栓细胞,棕红色,多角形,大小均匀,细胞壁平直,表面观细胞排列整齐。

瓦楞子纳米颗粒粒度的测定研究

作者：[王磊](#)，[张荣新](#)，[江亭](#)，[陈立宗](#)
作者单位：[王磊, 江亭, 陈立宗 \(山东省分析测试中心, 山东济南, 250014\)](#)，[张荣新 \(山东省卫生厅卫生监督所, 山东济南, 250014\)](#)
刊名：[中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39 (5)

参考文献(2条)

1. <全国中草药汇编>编写组 [全国中草药汇编](#) 1975
2. [张里德](#) [纳米碳精材料和纳米碳精结构](#) 1983

本文读者也读过(10条)

1. [邢斌](#) [对泛酸证治“变异”的思考](#)[期刊论文]-[上海中医药杂志](#)2003, 37 (1)
2. [李太武](#), [詹堃](#), [苏秀榕](#), [LI Tai-Wu](#), [ZHAN Kun](#), [SU Xiu-Rong](#) [泥蚶\(Tegillarca granosa\)肉质的蛋白组学研究](#)[期刊论文]-[海洋与湖沼](#)2008, 39 (6)
3. [严志洪](#) [泥蚶养殖技术](#)[期刊论文]-[福建农业科技](#)2003 (5)
4. [廖一波](#), [陈全震](#), [曾江宁](#), [高爱根](#), [刘晶晶](#), [孙庆海](#), [LIAO Yibo](#), [CHEN Quanzhen](#), [ZENG Jiangning](#), [GAO Aigen](#), [LIU Jingjing](#), [SUN Qinghai](#) [四种主要经济贝类的热忍受研究](#)[期刊论文]-[海洋通报](#)2007, 26 (1)
5. [丘花花](#), [李莹莹](#), [孙承三](#), [吕文海](#) [温度对煨瓦楞子内在质量的初步探讨](#)[会议论文]-2010
6. [潘沙芳](#), [李太武](#), [苏秀榕](#), [PAN Sha-fang](#), [LI Tai-wu](#), [SU Xiu-rong](#) [泥蚶血细胞耐饥饿及抗菌力特性的研究](#)[期刊论文]-[水产科学](#)2007, 26 (1)
7. [陈寅山](#), [柯佳颖](#), [许友勤](#), [CHEN Yin-Shan](#), [KE Jia-Ying](#), [XU You-qin](#) [泥蚶\(Tegillarca granosa Linnaeus\)凝集素的细胞凝集和糖抑制作用的研究](#)[期刊论文]-[福建师范大学学报（自然科学版）](#) 2005, 21 (1)
8. [王志江](#), [周鹏](#) [瓦楞子生品及煨用品中钙盐的含量测定](#)[期刊论文]-[山东医药工业](#)2001, 20 (4)
9. [邱兆星](#), [李美真](#), [卢?](#), [于发盛](#), [刘杰](#) [泥蚶苗中间培育技术初探](#)[期刊论文]-[海洋科学](#)2001, 25 (8)
10. [陈建华](#), [阎斌伦](#), [高焕](#) [毛蚶生物学特性及其研究进展](#)[期刊论文]-[河北渔业](#)2006 (9)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200805026.aspx