

建立玄明粉的 X-射线衍射指纹图谱

游宇,傅超美*,陈秋薇,聂英军,胡慧玲
(成都中医药大学,成都 611137)

[摘要] 目的:建立玄明粉的 X-射线衍射特征指纹图谱。方法:采用 X-射线衍射法对 10 批玄明粉样品进行定性分析,以相关系数法和夹角余弦法计算各样品共有峰的相似度。结果:10 批玄明粉 X-射线衍射指纹图谱相似度 >95%。结论:建立的玄明粉 X-射线衍射特征指纹图谱专属性强,为玄明粉的鉴定和质量评价提供参考。

[关键词] 玄明粉; X-射线衍射; 指纹图谱; 矿物药

[中图分类号] R283.6,R282.76,R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)16-0145-02

[doi] 10.11653/syfj2013160145

Establishment of X-Ray Diffraction Fingerprint for Natrii Sulfas Exsiccatus

YOU Yu, FU Chao-mei*, CHEN Qiu-wei, NIE Ying-jun, HU Hui-ling
(Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

[Abstract] **Objective:** To establish X-ray diffraction characteristic fingerprint of Natrii Sulfas Exsiccatus. **Method:** X-ray diffraction method was applied to do qualitative analysis of 10 batches of Natrii Sulfas Exsiccatus, correlation coefficients and angle cosine were applied to calculate similarity of shared peak in each sample. **Result:** Similarity of shared peak in X-ray diffraction of Natrii Sulfas Exsiccatus was >95%. **Conclusion:** This X-ray diffraction characteristic fingerprint of Natrii Sulfas Exsiccatus had strong specificity, it could provide a reference for identification and quality evaluation of Natrii Sulfas Exsiccatus.

[Key words] Natrii Sulfas Exsiccatus; X-ray diffraction; fingerprint; mineral drugs

玄明粉为传统矿物药,具有泻下通便、清火消肿之功效,外治咽喉肿痛、口舌生疮、牙龈肿痛等症^[1-2]。受品种、炮制方法、贮存等因素的制约,各地方标准制定的玄明粉炮制工艺不一致,使其在功效等方面存在一定差异。2010 年版《中国药典》对玄明粉的质量控制仅以硫酸钠含量为指标,无法真实地反映其他硫酸盐的区别。本实验通过对不同产地的玄明粉进行 X 射线衍射分析,以衍射峰的平均值和中位数作为共有模式,建立其 X 射线指纹图谱,为全面、客观地反映玄明粉的内在质量提供参考。

1 材料

pert pro 型 X 射线衍射仪(荷兰 PAN alytical 公司),BP121S 型 1/10 万电子天平(德国赛多利斯公司)。

玄明粉编号分别为 S-1, S-2, S-3, S-4, S-5, S-6, S-7, S-8, S-9, S-10, 产地分别为四川新津、新津、眉山、眉山、彭山、洪雅、洪雅、丹棱、名山、雅安,均经成都中医药大学中药标本中心卢先明教授鉴定为芒硝经风化干燥制得的干燥品。

2 方法与结果

2.1 试验条件 管压 40 kV,管流 35 mA,光阑系统 DS = SS = Fixed, RS = 0.3 mm。扫描速度 0.200 °·min⁻¹,扫描类型 Continuous,发散狭缝大小 1.00 °,接收狭缝大小 1.00 mm,扫描范围 5.015 0 ~ 84.995 0 °,步长 0.03 °。

2.2 供试品制备 取不同产地的玄明粉粉碎并过 200 目筛,微粒直径 0.75 μm,即得。

2.3 X-射线衍射指纹图谱分析 取供试品适量,按

[收稿日期] 20130112(011)

[基金项目] 国家中医药管理局行业专项资助项目(201007011-08)

[第一作者] 游宇,硕士,助教,从事中药新制剂和新剂型研究, Tel:13980590846, E-mail:415416295@qq.com

[通讯作者] *傅超美,博士,教授,从事中药新制剂和新剂型研究, E-mail:chaomeifu@126.com

2.1 项下条件进行 X 射线衍射试验,依次放入样品台检测。应用 Origin 7.5 数据分析和绘图软件处理,即得 10 批玄明粉的 X 射线衍射图谱,见图 1。

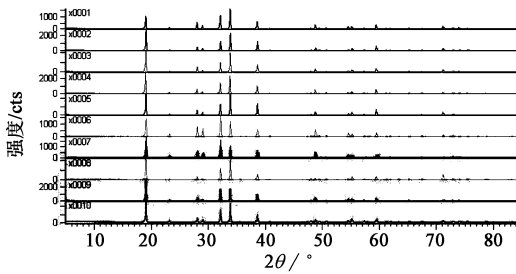


图 1 10 批玄明粉的 X 射线衍射指纹图谱

2.3.1 X-射线衍射指纹图谱峰的标定 找寻峰的条件为 SearchRectangle: Width 1.00, Height 2.0, Minimum Height 1.5。由布拉格公式 $2d\sin\theta = n\lambda$ ($n=1, \lambda = 1.5428 \times 10^{-10}$) 可求得晶格间距,以 $d/(I/I_0)$ 表示衍射峰值, d 为晶格间距, I/I_0 为衍射相对强度。

2.3.2 X-射线衍射指纹图谱寻峰处理 在平均数图中应用 Origin 7.5 软件分析,在相同条件下寻找

共有峰,得共有峰的平均峰高和中位数强度参数,结果见表 1。

表 1 不同批次玄明粉的平均峰高和中位数强度测定

No.	晶格间距/nm	平均峰高/I	中位数强度/cts
1	19.078	2 173.112	2 353.143
2	28.066	514.151	495.812
3	32.150	1 305.790	1 263.742
4	33.867	1 867.450	2 009.564
5	38.632	804.885	753.890
6	48.773	331.868	328.938
7	54.558	144.386	129.375
8	55.181	239.398	225.625
9	59.438	398.304	225.625

2.4 相似度评价^[3] 在玄明粉 X-射线衍射指纹图谱中,采用夹角余弦法和相关系数法分别计算各样品的相关系数和相似度,结果见表 2,表明 10 批玄明粉中相似度均 >95%。

表 2 10 批玄明粉样品的相似度比较

参数	S-1	S-2	S-3	S-4	S-5	S-6	S-7	S-8	S-9	S-10
平均夹角余弦值	0.983 6	0.960 3	0.951 1	0.973 8	0.974 2	0.986 9	0.967 5	0.952 1	0.951 7	0.983 2
平均相关系数	0.964 7	0.972 2	0.961 9	0.953 5	0.974 7	0.967 0	0.974 5	0.950 9	0.961 1	0.981 0
夹角余弦值中位数	0.977 4	0.984 9	0.958 7	0.962 5	0.950 4	0.975 2	0.954 1	0.968 7	0.968 8	0.966 3
相关系数中位数	0.985 5	0.974 6	0.976 8	0.965 9	0.955 1	0.950 3	0.974 4	0.979 8	0.967 7	0.956 8

3 讨论

X-射线衍射既可从物质微观结构方面对其化学组成进行探讨,又能反映中药的整体特征,将其用于矿物药的质量控制和品质评价具有专属性强、结果准确等特点,可为风化硝等矿物药的质量评价提供参考。通过分析玄明粉的 X-射线衍射图谱^[4-10]及其相应峰值信息,发现不同产地的玄明粉样品既有相关性,又有区别。X-射线衍射图谱轮廓基本一致,相应的共有指纹峰亦均在图谱上体现,指纹图谱相似度较好,但各图谱的峰数及峰强度有所不同。说明不同产地、不同批次的玄明粉矿物晶型组成及含量存在一定差异,产生这种现象的原因可能与饮片炮制前后物质的存在形式有关,建立的玄明粉 X-射线衍射指纹图谱分析可作为玄明粉质量控制的手段之一。

[参考文献]

[1] 温海成,贾微,康廷国,等. 矿物药鉴定的研究进展[J]. 中国民族医药杂志,2010,16(1):61.
[2] 王德昌. 近年矿物药研究概况[J]. 中国实验方剂学杂

志,2003,9(6):63.

[3] 韦建荣,马银海. Excel 与中药色谱指纹图谱相似度计算[J]. 昆明师范高等专科学校学报,2007,29(4):110.
[4] 李祥,李凡,刘元芬,等. 中药石膏 X 射线衍射分析及指纹图谱的确定[J]. 世界中西医结合杂志,2006,1(2):91.
[5] 温海成,迟广成,康廷国. X 射线粉晶衍射法在萤石矿物药鉴定与质量评价中的应用[J]. 岩矿测试,2007,26(6):495.
[6] 温海成,迟广成,康廷国. XRD 法矿物药炉甘石鉴中的应用[J]. 中华中医杂志,2008,26(5):1055.
[7] 熊南燕,姜燕,王永艳,等. 三种性状矿物药赭石指纹图谱研究[J]. 中药材,2008,31(1):36.
[8] 李晓明,邵爱娟,陈敏,等. 生、煅石膏的粉晶 X-射线衍射分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(17):75.
[9] 何立巍,李祥,高锦彪,等. 中药花蕊石的 X 射线指纹图谱研究[J]. 现代中药研究与实践,2008,22(6):25.
[10] 何立巍,李祥,李凡,等. 中药石膏炮制品的 X 射线衍射分析及指纹图谱的建立[J]. 天津中医药,2008,25(6):515.

[责任编辑 全燕]