

4 结论

本实验通过近红外光谱分析及 TQAnalyst 8.0 分析软件建立了快速测定香砂养胃丸中厚朴酚与厚朴酚含量的分析方法,结果表明该方法简便、快速、准确、无污染,适合大生产中大批量样品的快速检验,为近红外光谱技术应用于制药行业提供一定的参考和应用基础。随着计算机技术、化学计量学、分析仪器加工制造技术和光学技术的进一步发展,近红外光谱分析技术作为一种“绿色”分析技术将在中药制药行业发挥越来越大的作用。

REFERENCES

- [1] XU Z K, WANG X Y, L W. Content determination of magnolol and honokiol in Xiangshayangwei pill by HPLC [J]. Clin Med(临床医学), 2008, 28(6): 120.
- [2] SI J P, TONG Z K, ZENG Y R. The study of Magnolia quality [J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2000, 25(8): 466-468.
- [3] ZHAO X L, CHEN Y, LIU C, et al. Content determination of magnolol and honokiol in Xiangshayangwei Pill(concentrated pill) [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2004, 10(6): 17-18.
- [4] BAI Y. The Application of Modern Near Infrared Spectroscopy Analytical Technology In Drugs and Food Quality Assessment(现代近红外光谱分析技术在药品及食品品质评价系统中的应用) [M]. Beijing: Higher Education Press, 2009: 8-10.
- [5] LU W Z. Modern Near Infrared spectroscopy analytical technology(现代近红外光谱分析技术) [M]. Beijing: China Petrochemical Press, 2007: 36, 44.
- [6] BAI Y, GONG H Y, SONG R L, et al. Quantitative analysis on extracts by water and ethanol in Rhizoma Dioscoreae by near-infrared diffuse reflection spectroscopy [J]. Chin J Appl Pharm(中国现代应用药学), 2010, 27(2): 163-166.
- [7] ZHANG S N, YANG H L, LIU Z Q, et al. Determine effective components in Danshen dripping pills by near infrared spectroscopy method in on-line [J]. J Pharm Anal(药物分析杂志), 2009, 29(2): 192-196.

收稿日期: 2012-01-09

离子色谱法测定浙贝母中二氧化硫残留量

周建良, 施贝, 罗镭, 陈碧莲* (浙江省食品药品检验研究院, 杭州 310004)

摘要: 目的 建立测定浙贝母中二氧化硫残留量的离子色谱法。方法 样品经定氮仪蒸馏、3%过氧化氢溶液吸收后, 进 Dionex ICS-3000 型离子色谱仪分析检测。结果 硫酸根在 0.000 05~2 μg 内线性关系良好($r=1.000$); 二氧化硫平均回收率为 97.8%, RSD 为 2.1%($n=9$)。结论 该方法快速、简便、灵敏、精密度、重复性良好, 适用于浙贝母中二氧化硫残留量的检测。

关键词: 浙贝母; 二氧化硫; 离子色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2012)11-1025-04

Determination of Residual Sulfur Dioxide in *Fritillaria thunbergii* Miq. by Ion-chromatography Method

ZHOU Jianliang, SHI Bei, LUO Lei, CHEN Bilian* (Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310004, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an ion-chromatography method for determination of residual sulfur dioxide in *Fritillaria thunbergii* Miq. **METHODS** The samples were analyzed by Dionex ICS-3000 ion-chromatography after distilled by steam, absorbed by 3% hydrogen peroxide. **RESULTS** The linear range of sulfate radical was 0.000 05~2 μg ($r=1.000$). The average recovery was 97.8% with the RSD of 2.1%($n=9$). **CONCLUSION** The method is rapid, simple, sensitive, which shows good precision and reproducibility. It is suitable for determination of residual sulfur dioxide in *Fritillaria thunbergii* Miq.

KEY WORDS: *Fritillaria thunbergii*; sulfur dioxide; ion chromatography

浙贝母为百合科植物浙贝母 *Fritillaria thunbergii* Mig. 的干燥鳞茎, 具有清热散结、化痰

止咳等功效, 常用于治疗风热犯肺、痰火咳嗽、肺痈、乳痈、疮毒等^[1], 是著名的浙八味之一。浙

作者简介: 周建良, 男, 博士, 主管中药师 Tel: (0571)86459425
Tel: (0571)86459425 E-mail: zsyonly@hotmail.com

E-mail: cpuzhou@163.com *通信作者: 陈碧莲, 女, 主任中药师

贝母在采收加工时多经硫磺熏蒸处理,以达到防虫、防霉、改善外观性状的目的,同时还能提高药效成分总生物碱的含量^[2-3]。在用硫磺熏蒸的过程中,单质硫生成二氧化硫,与中药材中的水分和无机元素结合生成亚硫酸盐。人体过量服用硫磺熏蒸过的中药材和饮片会损伤消化道和呼吸道系统,使这些器官的黏膜受损,哮喘患者尤为敏感,会加重病情甚至死亡^[4];另外,对脑、心、肝等多种器官也有损害^[5]。因此,有必要对浙贝母中的二氧化硫残留量进行监测,以保证浙贝母的疗效和用药安全。

目前,中药材和饮片中二氧化硫的检测方法主要采用中国药典 2010 年版收录的滴定法^[6]。此外,还有比色法^[7]和离子色谱法^[8-10]。离子色谱法由于具有专属、灵敏、准确和自动化程度高等优点,在该领域有着良好的应用前景。为此,本研究采用离子色谱法对浙贝母中的二氧化硫残留量进行了分析检测,并改进和优化了中药领域的离子色谱检测方法^[8-10],在保证准确度的前提下显著缩短了提取时间,简化了操作。

1 仪器与试药

1.1 仪器

ICS-3000 离子色谱仪(美国戴安公司); K355 凯氏定氮仪(瑞士 BÜCHI)。

1.2 试药

SO₄²⁺标准溶液[GBW(E)080266, 中国计量科学研究院, 浓度 1 000 μg·mL⁻¹]; 无水亚硫酸钠、

30%过氧化氢溶液均购自国药集团化学试剂有限公司,均为分析纯; 盐酸(杭州化学试剂有限公司, 分析纯, 浓度: 36%~38%); 试验用水为 Milli-Q 系统制备(电阻率 18.2 MΩ·cm@25 °C)。浙贝母药材购自磐安、亳州、宁波等药材市场,经浙江省食品药品检验研究院郭增喜主任中药师鉴定为百合科贝母属植物浙贝母 *Fritillaria thunbergii* Mig. 的干燥鳞茎。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: IonPac AS-11-HC(4 mm×250 mm); 保护柱: IonPac AG-11-HC(4 mm×50 mm); 淋洗液: 20 mmol·L⁻¹ 的 KOH 溶液(在线淋洗液发生器生成); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 30 °C; 抑制器电流: 60 mA; 电导检测器, 检测池温度: 30 °C; 进样量: 10 μL。

2.2 样品溶液制备

取药材粉末(过 3 号筛)5 g, 精密称定, 置于凯氏烧瓶中, 加水 50 mL 并振摇, 加入盐酸 5 mL 后连接仪器装置, 开始蒸馏, 冷凝管出口处用 20 mL 的 3%过氧化氢溶液进行吸收(导气管须没入吸收液液面以下), 蒸馏提取 5 min 后, 馏出液放冷, 加水稀释至 200 mL, 摇匀, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 取续滤液, 即得。空白溶液除不加供试品外, 其余按上法操作。对照品、样品、空白溶液色谱图见图 1。由图可知, 在本试验条件下待测离子与其他离子分离良好, 不干扰 SO₄²⁺(SO₂)的测定。

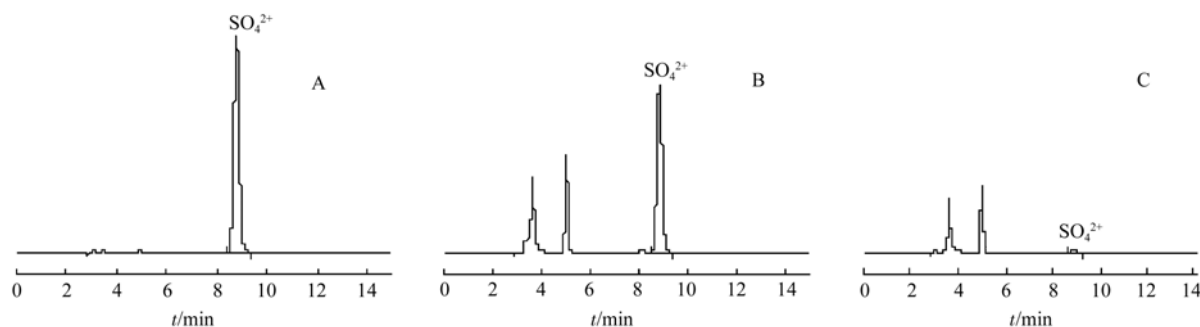


图 1 SO₄²⁺的离子色谱图

A-对照品溶液(50 μg·mL⁻¹); B-样品溶液; C-空白溶液

Fig 1 Representative ion chromatograms for different samples

A-standard solution (50 μg·mL⁻¹); B-sample solution; C-blank solution

2.3 线性关系及方法检测限

精密量取 1 000 μg·mL⁻¹ 的 SO₄²⁺标准溶液适量, 加水稀释成 SO₄²⁺浓度分别为 0.005, 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 50, 100, 200 μg·mL⁻¹ 的对照品溶液,

依次进样 10 μL, 以进样浓度为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y), 绘制标准曲线, 得回归方程: Y=0.092X+0.067, r=1.000, 表明 SO₄²⁺在 0.000 05~2 μg 内线性关系良好。方法检测限(LOD, S/N=3)

为 0.003 2 ng, 方法定量限(LOQ, S/N=10)为 0.010 7 ng($n=6$, RSD=1.4%)。

2.4 仪器精密度的试验

取“2.3”项下 50 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的 SO_4^{2+} 对照品溶液, 连续进样 6 次, 每次 10 μL , 峰面积平均值为 4.7195, RSD 为 1.2%。

2.5 重复性试验

取同批次浙贝母样品(批号: ZJS-Zb-21), 按“2.2”项下方法制备 6 份供试品溶液并测定, SO_2 的平均含量为 1 027.1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, RSD 为 4.0%。

2.6 稳定性试验

取同一份供试品溶液, 室温放置, 分别于 0, 1, 6, 12, 24 h 后进样分析, 记录峰面积, SO_4^{2+} 离子的 RSD 为 1.1%。结果表明, 供试品溶液室温放置 24 h 稳定。

2.7 回收率试验

取同批次浙贝母样品(批号: ZJS-Zb-21)粉末(过 3 号筛)9 份, 每份约 2.5 g, 精密称定, 置于凯氏烧瓶中, 精密加入浓度为 1.053 3 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的亚硫酸钠溶液 2.5, 5.0, 7.5 mL(3 种不同水平, 各 3 份; 亚硫酸钠标准溶液临用新配, 并用碘量法标定纯度^[6]为 82.2%), 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样, 计算二氧化硫的回收率均在 95.5%~101.7%之间, 平均回收率为 97.8%, RSD 为 2.1%($n=9$)。结果见表 1。

表 1 加样回收率结果

Fig 1 Results of recovery test

样品原有量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
2 477.45		3 535.82	96.3		
2 567.84	1 099.37	3 685.91	101.7		
2 568.56		3 620.86	95.7		
2 567.84		4 743.33	98.9		
2 569.48	2 198.73	4 761.87	99.7	97.8	2.1
2 573.79		4 733.62	98.2		
2 580.06		5 804.95	97.8		
2 569.27	3 298.10	5 742.08	96.2		
2 567.53		5 718.75	95.5		

2.8 样品测定

取 6 批浙贝母样品各约 5 g, 每批各 2 份, 精密称定, 分别按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下条件测定峰面积, 扣除空白溶液的响应值后, 计算样品中 SO_2 的残留量, 结果见表 2。

表 2 浙贝母中二氧化硫残留量

Tab 2 Content of sulfur dioxide in *Fritillaria thunbergii*

批号	来源	含量/ $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$	RSD/%
ZJS-Zb-1	浙江磐安	320.3	1.5
ZJS-Zb-14	浙江磐安	2.1	1.3
ZJS-Zb-21	浙江宁波	1 014.6	0.6
ZJS-Zb-8	安徽亳州	1 221.8	0.4
ZJS-Zb-13	浙江磐安	1 955.0	0.1
ZJS-Zb-5	浙江磐安	3 115.3	0.9

3 讨论

本研究考察了不同提取时间对含量的影响, 同批次样品(批号: ZJS-Zb-5)提取 5, 7, 9 min 时 SO_2 的含量分别为 3 105.6, 2 859.1, 3 094.5 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 表明样品中的 SO_2 5 min 已基本提取完全。本实验还考察了采用玻璃蒸馏仪的样品前处理方法^[8-9], 结果提取 30~40 min 才能将 SO_2 基本提取完全, 且提取的重复性较差。因此, 与传统的玻璃蒸馏仪处理方法相比, 本方法提取时间可缩短至六分之一, 同时还能兼顾灵敏度和准确度。

在回收率试验中, 所加标样亚硫酸钠溶液很不稳定, 因此试验操作时需临用新配, 并建议在配制后 20 min 内使用。

国家食品药品监督管理局 2011 年公布的中药材及其饮片 SO_2 残留限量标准中规定, 山药、牛膝、粉葛、甘遂、天冬、天麻、天花粉、白及、白芍、白术、党参 11 种传统习用硫黄熏蒸的中药材及其饮片, SO_2 残留量不得超过 400 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; 其他中药材及其饮片的 SO_2 残留量不得超过 150 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。本次研究测定的 6 批浙贝母中, 有 5 批含量已超限度, 且多数超过 7 倍之上, 说明浙贝母中 SO_2 的残留问题比较严重, 应加强规范和管理。

本研究建立的方法操作简单, 重复性好, 检测灵敏度、准确度高, 且样品分离效果好, 适用于 SO_2 残留量的检测, 能有效地控制浙贝母的质量及安全性。

REFERENCES

[1] MA W C, SHEN Z H, RONG J H. Determination the total alkaloid in different habitat *Fritillaria Thunbergii* Miq [J]. Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊), 2009, 27(7): 1495-1496.

[2] LU S S, YANG J M. The new habitat processing method of *Fritillaria thunbergii* Miq [J]. China Pharm(中国药业), 1999,

- 8(8): 50-51.
- [3] TIAN Y J. Sulfur fumigation processing technology of *Fritillaria thunbergii* Miq [J]. *Shandong Med J*(山东医药工业), 1999, 18(2): 5-6.
- [4] FAZIO T, WARNER C R. A review of sulphites in foods: analytical methodology and reported findings [J]. *Food Addit Contam*, 1990, 7(4): 433-454.
- [5] MENG Z Q, ZHANG B, QIN G H. Oxidation damage of sulfur dioxide on various organs of mice [J]. *Acta Sci Circum*(环境科学学报), 2001, 21(6): 769-773.
- [6] Ch.P(2010)Vol I (中国药典 2010 年版. 一部) [S]. 2010: Appendix IX U: 61.
- [7] NIE L X, LIU T S, SHU K, et al. Study of sulphur dioxide residue in merchandise *Gastrodia tuber* [J]. *J TCM Univ Hunan*(湖南中医药大学学报), 2011, 31(5): 29-30.
- [8] SUN L, YUE Z H, CHEN J, et al. Determination of total sulfur dioxide in traditional Chinese medicinal materials by ion chromatography [J]. *Chin Pharm Aff*(中国药事), 2011, 25(4): 336-338.
- [9] CHE Z T, ZONG Y Y. Determination of sulphur dioxide in commonly used Chinese herbal medicines with both food and medicine function for health care by ion-chromatographic method [J]. *J Chin Med Mat*(中药材), 2006, 29(5): 444-446.
- [10] QIAO R X, YANG R R, LIU H J, et al. Ion chromatography method for the detection of residual sulfur dioxide in *Niu Huang Shangqing Wan* [J]. *China Pharm*(中国药业), 2011, 20(13): 18-19.
- 收稿日期: 2012-01-31

金蝉口服液的抗菌活性实验研究

杜尧, 毛晨梅, 王诚*, 申忆文(苏州大学附属儿童医院, 江苏 苏州 215003)

摘要: 目的 研究金蝉口服液的抗菌活性并测定其对某些细菌的最小抑菌浓度。方法 采用液体试管法测定金蝉口服液的最小抑菌浓度。结果 金蝉口服液对流感嗜血杆菌、肺炎链球菌、金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、肺炎克雷伯菌均具有较好的抗菌效果, 其对这 5 种细菌的最小抑菌浓度分别为 0.125, 0.25, 1.0, 1.0, 0.25 mL·mL⁻¹。结论 金蝉口服液制备简单, 疗效确切, 对儿科临床常见致病菌具有较好的抗菌活性。

关键词: 金蝉口服液; 抗菌活性; 最小抑菌浓度

中图分类号: R285.5

文献标志码: A

文章编号: 1007-7693(2012)11-1028-04

Experimental Study on Antibacterial Activity of Jinchan Oral Liquid

DU Rao, MAO Chenmei, WANG Cheng*, SHEN Yiwen(The Children's Hospital Affiliated to Soochow University, Suzhou 215003, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the antibacterial activity and minimum antibacterial concentration (MIC) of Jinchan oral liquid. **METHODS** Determining the MIC of Jinchan oral liquid by liquid test tube method. **RESULTS** Jinchan oral liquid had good antibacterial effect on *Haemophilus influenzae*, *Streptococcus pneumoniae*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* and *Cray borrelia bacteria*. The MIC of Jinchan oral liquid to these five bacteria was respectively 0.125, 0.25, 1.0, 1.0, 0.25 mL·mL⁻¹. **CONCLUSION** The preparation of Jinchan oral liquid is relatively simple. It shows a clear curative effect and has good efficacy on common pathogenic bacteria in pediatric clinical.

KEY WORDS: Jinchan oral liquid; antibacterial activity; MIC

金蝉口服液是笔者所在医院药剂科制剂室的主要产品之一, 具有疏风解表、解肌清热的功效, 主要用于风热及风寒入里化热之感冒、发热、恶寒、咽痛等, 对各种感冒及感冒引起的小儿急性上呼吸道感染, 喉部不适如咽痛, 咽炎等效果尤为突出^[1]。之前笔者的研究表明金蝉口服液在体内外对流感病毒均有良好的抑制作用^[2]。金蝉口服液

中的金银花、黄芩等具有较好的抗菌作用, 但金蝉口服液的抗菌作用至今未有相应的研究, 因而本实验针对金蝉口服液的抗菌作用展开研究。

1 材料

1.1 药品和试剂

金蝉口服液 (苏州大学附属儿童医院药剂科生产, 批号: 110226); 肉汤培养基, 以下简称“肉汤”

作者简介: 杜尧, 女, 硕士, 主管药师 Tel: (0512)67786213
18936084480 E-mail: wangcheng6515@163.com

E-mail: durao@sina.com *通信作者: 王诚, 男, 副主任药师 Tel: