

营养成分的释放,同时增加物体表面积加快酶解速度。

5.2 提高原材料(五步蛇)利用率:在传统蛇酒制作中,经长期浸泡的蛇体一般不再加以利用,原因是误以为长期浸泡后的蛇体不再具有营养价值,其实不然,实验证明,长期浸泡仅仅可将蛇体中一部分醇溶及水溶物质转移到酒中,而大量的营养物质依然存在于蛇体之中,用蛋白酶水解则可以将蛇体中的全部营养物质转移到溶剂中,从而大大提高了原材料的利用率。

5.3 缩短生产周期:传统生产五步蛇酒一般需费时3个月以上,而采用酶解法生产五步蛇酒,可以在数小时内将原先不溶于酒与水的蛇肉、蛇皮、内脏等转变成氨基酸、多肽等小分子物质,即可在短时间内将蛇体中的营养成分释放到溶剂中,从而缩短了生产周期,提高了生产效率。

5.4 提高产品质量:首先,通过酶解可使五步蛇酒中的主要营养成分以氨基酸、多肽等小分子的形式存在,可减少甚至消除传统浸泡法生产的五步蛇酒在贮藏过程中因蛋白质等大分子集聚而产生的沉淀,酒体澄清透明,色泽纯正,从而提高了五步蛇酒的外观质量;其二,通过高压蒸煮及适量使用除臭剂可消除令人生厌的蛇腥味,再利用矫味剂与酶解产生的氨基酸赋予五步蛇酒以独特的风味与舒适的口感,从而提高了五步蛇酒的商品价值。

参 考 文 献

1 黄美华,等主编. 五步蛇. 北京:科学出版社,1983. 158
2 谢俊杰,等. 食品科学,1995,16(8):45
3 方晓阳. 蛇志,1996,8(3):7
4 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海:上海科学技术出版社. 1985. 713

(1997-02-21 收稿)

New Technique in Processing of Long-noded Pit Viper (*Agkistrodon acutus*) Wine

Fang Xiaoyang

A new process for the production of Long-noded pit viper (*Agkistrodon acutus*) wine was developed, with the use of enzymatic degradation, which shortened the production period, resulted in a more efficient utilization of raw material and improved the quality of this medicinal wine.

流动注射分析测定小儿清热解暑口服液中黄酮含量

沈阳第一制药厂(110023) 林瑞红* 张少辉 李显林

摘 要 介绍采用流动注射分析技术,以 NaNO_2 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 NaOH 溶液为流动相,测定小儿清热解暑口服液中总黄酮的分析方法。该法克服了经典分析方法分析时间长,反应时间不好控制等缺点,其分析速度达 150 次/h,以芦丁为对照品,在 50~250 $\mu\text{g/mL}$ 内呈良好线性关系,其方程为: $C = 8.407 \times 10^{-5} H - 33.88, r = 0.9997$;样品测定的回收率为 100.5% ($n = 5$)。

关键词 流动注射分析 黄酮 小儿清热解暑口服液

小儿清热解暑口服液是由 18 味中药组 成的中药制剂,用于治疗流感、上呼吸道感染

* Address: Lin Ruihong, Shenyong First Pharmaceutical Factory, Shenyang
林瑞红 1991 年毕业于沈阳药科大学中药系,理学学士学位,工程师。专业研究方向为新药的研制与开发。

等疾病,具有清热解毒的功效。其中黄芩是主要成分,控制黄酮含量十分必要。目前测黄酮的方法主要有紫外分光光度法^[1,2]、极谱法^[2]、薄层扫描法^[4]、HPLC法^[5];经典分析方法有 AlCl_3 、 CH_3COOK 显色法和 NaNO_3 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 NaOH 比色法,其中以后者为最好^[6]。这种分析方法以芦丁为对照品,需先用 NaNO_2 还原6 min,再加 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 络合6 min,最后加 NaOH 溶液显色15 min,产生红色化合物进行比色测定^[7]。其测定时间长,操作时间不好控制。流动注射分析(FIA)问世以来,在药物分析中已有应用,但在中药复方制剂中的应用还未见报道。我们采用FIA样品分析技术,将此一系列化学反应集同在线系统中,消除了样品与对照品测定时间不一致造成的误差,测定速率为150次/h,将之应用于小儿清热解毒口服液中黄酮的含量测定,结果很好。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂:仪器:UV-240 分光光度计(日本岛津);WFZ-800 D₃ 分光光度计(北二光);FIA 分析仪(沈阳电影反光镜厂);HP3390 A 自动积分记录仪(美国惠普公司)。

试剂:芦丁对照品(中国药品生物制品检定所);小儿清热解毒口服液样品(沈阳第一制药厂);其它试剂均为分析纯;蒸馏水。

1.2 FIA 流路及操作 FIA 线路见图 1。

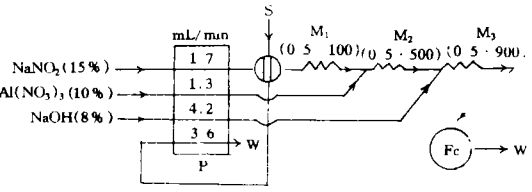


图 1 FIA 流路图

P-蠕动泵,V-进样阀(30 μL), M_1 - M_3 -反应盘管,FC-流通池(18 μL),W-废液,S-样品溶液

按图 1 连接好流路,启动分光光度计和蠕动泵,通入各种试剂,待记录仪得一稳定基线后,分别注入一定浓度的样品和对照品,记录峰高。根据峰高与样品浓度成正比计算含

量。

1.3 条件试验

1.3.1 测定波长的确定:向 FIA 流路中定量注入 100 $\mu\text{g/mL}$ 的芦丁对照品溶液,以 400~580 nm 每隔 5 nm 改变分光光度计的波长,测定。试验表明在 420 nm 和 510 nm 处有最大灵敏度。我们选择 510 nm 为测定波长。

1.3.2 FIA 条件的选择:经考查, NaOH 溶液在 2%~12% 浓度范围内对测定灵敏度没影响,我们选择 8% 浓度为实验浓度。而 NaNO_2 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 浓度和 3 个反应盘管长度 M_1 - M_3 利用正交设计条件试验法,选择 $\text{L}_{16}(4^5)$ 表进行优化试验,正交试验结果见表 1,2。结果表明,这 5 个因素不同水平均有显著性差异, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 浓度对测定灵敏度影响最显著。

1.3.3 线性范围:在选定的试验条件下,分别注入 50、75、100、125、150、175、200、225、250 $\mu\text{g/mL}$ 芦丁对照品溶液,测得峰高与浓度的关系方程为 $C = 8.407 \times 10^{-5} H - 33.88$, $r = 0.9997$ 。

1.3.4 回收率试验:按小儿清热解毒口服液的处方分别称取黄芩以外的其它原药,进行工艺提取,然后加入芦丁对照品,制成模拟试样,测其含量,求得回收率为 100.5%,RSD 为 0.72% ($n = 5$)。

1.4 样品测定:精密称取芦丁对照品(扣除水分)25 mg,置 100 mL 量瓶中,用 60% 的乙醇溶液溶解并稀释到刻度,取此溶液用 20% 乙醇溶液分别稀释成 50~200 $\mu\text{g/mL}$ 的标准液,分别注入 FIA 系统,求得峰高与浓度的线性方程。

表 1 正交试验因素水平表

水平	因素				
	NaNO_2 (%)	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (%)	M_1 (mm)	M_2 (mm)	M_3 (mm)
1	5.0	0.5	100	100	600
2	10.0	1.0	300	300	900
3	15.0	5.0	500	500	1200
4	20.0	10.0	700	700	1500

表 2 方差分析结果

方差来源	变差平方和	自由度	方差估计值	F 值	F(0.05, f ₁ , f ₂)	显著性	最优水平
NaNO ₂ 浓度	0.011	3	0.003667	29.34	3.24	*	A ₃
Al(NO ₃) ₃ 浓度	0.767	3	0.2557	2045.50	3.24	**	B ₄
反应管 M ₁ 长度	0.467	3	0.1557	1245.60	3.24	*	C ₁
反应管 M ₂ 长度	0.309	3	0.1030	824.00	3.24	*	D ₃
反应管 M ₃ 长度	0.028	3	0.009333	74.66	3.24	*	E ₂
试验误差	0.002	16	0.000125				

精密量取试样 1 mL, 置 25 mL 量瓶中。用 20% 乙醇稀释到刻度, 摇匀; 精取此溶液 2 mL 置 5 mL 量瓶中用 20% 乙醇稀释到刻度。将此溶液注入 FIA 系统, 测得峰高。将峰高代入标准工作曲线方程求得以芦丁计算的总黄酮的量。(表 3)。

表 3 样品测定结果 ($\alpha=0.05, n=3$)

批号	FIA 法(mg/mL)	经典法(mg/mL)
910701	8.65±0.09	8.57±0.16
910702	8.49±0.10	8.52±0.11
910703	10.73±0.08	10.65±0.23
910801	9.41±0.11	9.33±0.17

2 讨论

2.1 在实验中, 我们选择较高浓度的 NaOH 溶液, 目的是将络合剩余的 Al³⁺ 转化为 AlO₂⁻, 而不生成 Al(OH)₃ 沉淀, 影响测定结果。我们按经典分析方法在 400~600 nm 范围内绘制波长吸收谱图, 其在 510 nm 处有

最大吸收峰, 与 FIA 最大吸收点一致, 证明 FIA 系统中化学反应与经典方法中的化学反应基本一致。小儿清热解毒口服液被稀释后显浅黄色, 我们选定 510 nm (红色区) 为测定波长, 可降低干扰。

2.2 本方法具有分析速度快, 测定精度高, 线性范围宽等优点, 适用于大批量样品的测定和生产监测, 最低检出限为 10 µg/mL。

参 考 文 献

- 1 李守拙. 中成药研究, 1988(4):15
- 2 王淑香. 哈尔滨医科大学学报, 1989, 23(4):254
- 3 徐礼荣, 等. 药物分析杂志, 1988, 8(4):223
- 4 胡梅, 等. 药学报, 1989, 24(12):928
- 5 孔德云, 等. 中草药, 1989, 19(11):15
- 6 姚蕴英. 西北药学杂志, 1987, 2(4):3
- 7 Ruzika J, et al. Ana Chim Acta, 1975, 75:145

(1996-10-15 收稿)

Determination of Flavonoids in Liquor Xiaoerqingrejiadu With FIA

Lin Ruihong, Zhang Shaohui, Li Xianlin

A method for the determination of flavonoids in liquor Xiaoerqingrejiadu with flow injection analysis was reported. Solutions of NaNO₂, Al(NO₃)₃ and NaOH were used as the mobile phase. This method overcame the shortcomings of classical method, which needed a longer analytical time with difficultly controlled reaction time. Analytical speed of the method attained 150 times per hour. When rutin was used as external standard, the calibration curve was linear over the range of 50~250 µg/mL. Equation was $C = 8.407 \times 10^{-5}H - 33.88$, $r = 0.9997$, The average recovery was 100.5%.

《全国中草药汇编》(修订版)等已经出版

本书由谢宗万主编, 共 3 册(两册文字, 一册中草药彩色照片图集, 共 1000 余张), 收载中草药 4000 余种, 并附墨线图 3000 幅, 每种中草药均按序号, 正名, 别名, 来源, 形态特征(或药材性状), 生境分布, 栽培(或饲养)要点, 采集加工, 炮制, 化学成分, 药理作用, 性味功能, 主治用法, 附方, 制剂及附注等项顺序编写, 书后有中文索引, 拉丁学名索引等。(修订版)对品种学名, 化学成分, 药理作用和附注作了重点修改, 文献资料截止到 1993 年 7 月, 反映了 90 年代先进水平, 邮购价 532 元。另有《中国药理学》(徐国钧主编), 邮购价 552 元; 《中药辞海》(4 册 4 万条目), 邮购价 1 100 元。邮购地址: 北京百万庄路 24 号中国报道社北京书刊发行部 张继霞收, 邮编: 100037, 开户行: 招商银行展览路办事处, 帐号: 0912036610001, 户名: 中国报道社北京书刊发行部, 电话: (010)68326644-2123。