

附近有最大吸收,根皮苷在 276 nm 附近有最大吸收,槲皮苷在 257 nm 处有最大吸收,山奈酚-3-O- α -L-鼠李糖苷在 265 nm 处有最大吸收,综合考虑,本实验选择 260 nm 为检测波长,各成分均能得到较好的响应值。

试验中对甲醇-0.1 %磷酸水溶液、甲醇-0.2 %磷酸水溶液、乙腈-0.1 %磷酸水溶液、乙腈-0.2 %磷酸水溶液 4 种流动相体系进行了考察。结果表明,甲醇-0.2 %磷酸水溶液和乙腈-0.2 %磷酸水溶液流动相体系都能够获得较好的分离效果,考虑到成本问题,我们选择了甲醇-0.2 %磷酸水溶液。

本研究建立了高效液相色谱法同时测定多穗柯提取物中 4 种黄酮苷类成分的含量,该方法重复性较好,为多穗柯提取物的质量控制提供参考。

参考文献:

- [1] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编(下册)[M]. 北京:人民卫生出版社,1987: 256.
- [2] 韦宝伟,李茂,李伟芳. 多穗柯总黄酮的降糖作用[J]. 内科,2008,3(4): 510-512.
- [3] 董华强,李梅,吴剑峰,等. 多穗柯根皮苷水杨酸酯抗氧化和降血糖活性研究[J]. 食品科学,2009,30(19): 279-282.
- [4] 李胜华,伍贤进,向晓军. 多穗柯有效成分的提取及抑菌效果研究[J]. 食品科技,2010,35(3): 211-214.
- [5] 曹培培,刘瑞,海春旭. 甜茶提取物对大鼠肝微粒体 LPO 模型的影响[J]. 生物物理学报,2009,25(增刊): 382.
- [6] Hou SZ, Chen SX, Huang S, et al. The hypoglycemic activity of *Lithocarpus polystachyus* Rehd. leaves in the experimental hyperglycemic rats[J]. J Ethnopharmacol, 2011, 138(1): 142-149.

(编辑:宋威)

辐照中药光释光鉴别法的建立与评价

张立雯,林 彤,毕福钧,江英桥(广州市药品检验所,广东 广州 510160)

摘要:目的 在欧盟标准 EN 13751 方法的基础上,建立可区分辐照中药与未辐照中药的光释光法,并对所建方法进行评价。**方法** 将中药样品的测定结果采用欧盟方法与所建方法进行比较,观察系列剂量辐照后的检出情况和掺合稀释后的检出情况,研究光子计数(PSL)值与 F 值的重复性,研究经辐照处理样品贮藏后的变化情况,研究盲样检出的正确率,以对所建方法进行科学评价。**结果** 样品所含矿物质的种类和数量影响方法的检出灵敏度,敏感度高者低至 0.1 kGy 的辐照剂量即可以检出,灵敏度低者 1 kGy 以上的剂量能够检出。在未辐照样品种中混入不同比例的经过辐照处理的药粉,掺合比例低至 0.1 % 的样品也能正确识别。样品 10 次测定的 PSL 计数值重复性以及样品 3 份平行样测得 F 值的重复性满足要求。盲样测试正确率达 100 %。可见,所建方法在灵敏度、准确度、稳定性等各方面均能满足鉴别要求。**结论** 所建光释光法鉴别辐照中药具有正确率高、快速简便的特点,与欧盟方法比较,更适合中药产品,判定规则更加简洁明确,而判定结果的准确度与欧盟方法一致,甚至优于欧盟方法。

关键词: 光释光法;辐照中药;鉴别;评价

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-9783(2013)01-0091-07

doi: 10.3969/j.issn.1003-9783.2013.01.025

Establishment and Evaluation of Photostimulated Luminescence Methods for Detection of Irradiated Chinese Medicine

ZHANG Liwen, LIN Tong, BI Fujun, JIANG Yingqiao(Guangzhou Institute for Drug Control, Guangzhou 510160 Guangdong, China)

Abstract: Objective To establish a photostimulated luminescence(PSL)method to distinguish irradiated Chinese

收稿日期:2012-09-17

作者简介:张立雯,女,副主任药师,研究方向:药品质量标准研究。Email: mwener@126.com。

基金项目:广东省科技计划项目(2010B030700002)。

medicine from the non-irradiated based on European standard of EN 13751, and to evaluate the accuracy of the established method. **Methods** After irradiation by series of irradiation dose, the samples of Chinese medicine were mixed together with the non-irradiated Chinese medicine, and then were detected by EN 13751 and PSL method respectively. The detection rate of the two methods was compared, and the repeatability between PSL value and F value was studied. The changes of the quality of irradiated Chinese medicine during storage were observed for the study of accurate detection rate for blind samples. **Results** The detection level of irradiation dose by PSL method was influenced by the sorts of mineral matter and their amount. The detection level of irradiation dose was in the range of 0.1~1 kGy. For the mixed Chinese medicine sample, PSL method still worked well even the percentage of non-irradiated Chinese medicine being 0.1%. The reproducibility of results detected by PSL method for 10 times, and F value of PSL method for 3 paralleled samples met the reproducibility requirement. The accuracy for bland sample arrived 100%. The results indicated that the established PSL method met the requirements of irradiated Chinese medicine detection on sensitivity, accuracy, and stability. **Conclusion** The established PSL method has high accuracy, and is simple and convenient. Compared to EN 13751, the method is suitable for irradiated Chinese medicine for its simpler judgment rule and having the same accuracy of EN 13751.

Keywords: Photostimulated luminescence method; Irradiated Chinese medicine; Identification; Evaluation

利用 γ 射线(主要指 ^{60}Co , ^{137}Cs)、加速器产生的高能电子束或转换成的 X 射线杀灭微生物的辐照灭菌技术,灭菌效果已得到普遍认可,但其安全性在学术界仍有争议。卫生部于 1997 年发布了《 ^{60}Co 辐照中药灭菌剂量标准》(内部试行)的通知(卫药发[1997]第 38 号),规定了一些药材及成药的允许辐照剂量,但同时强调 ^{60}Co 辐照仅是中药灭菌的辅助手段,各级卫生行政部门要按照有关法规监督该标准的执行,防止滥用辐照灭菌。可是,现实应用中,一些生产厂家为了追逐商业利润,不考虑产品的安全性,随意扩大辐照范围,任意加大辐照剂量、重复辐照、操作混乱的现象大量存在。据江苏省农业科学院原子能农业利用研究所统计,江苏中药辐照处理量 1983 年仅为 50 吨,而 1989 年和 1995 年分别达到 320 吨和 750 吨,到 2003 年中药辐照处理量是 1983 年的 30 倍。辐射灭菌逐步成为制药业对卫生指标不合格产品“最终消毒”的过关方法^[1]。之所以出现这样的现象,重要原因之一在于缺乏能够鉴别中药是否经过辐照的法定方法,卫生部标准的辐照范围和剂量要求形同虚设,监管部门无法履行职责。为了结束中药辐照监管的真空状态,实现科学监管,切实保护公众健康,中药辐照鉴定方法的研究迫在眉睫。

目前,能够用于中药辐照的鉴别方法有:光释光法、热释光法、电子自旋共振法、微生物直接外荧光

滤光技术/有氧板计数法等^[2]。其中,光释光法利用供试品中的矿物质残留在受到电离辐射(辐照)时,会积累电荷载体中的能量,而当受到激发光刺激时,这些储存的能量会以光子的形式释放出来,形成激发光谱^[3-4]的特性建立,具有操作简单、快速,仪器便宜且消耗小,不破坏样品,可重复测量,应用范围宽等优点。欧盟标准 EN 13751 方法^[5]是适用于草药、香料和水生贝类辐照食品检测的光释光方法,本课题组在该方法的基础上,对 200 多批中药材及部分成药和辅料进行了研究,建立了更适合中药鉴别的光释光法,并对该方法进行了评价。

1 材料与方法

1.1 仪器与材料 SURRC PPSL 辐照食品检测仪(Scottish Universities Research and Reactor Centre, UK);直径 50 mm 的带盖培养皿(Bibby Sterilin Ltd. Stone Staffs, 英国)。

随机附辣椒粉阴性参照物(Mc CoRMick Ltd, 批号: SP12723, UK)、辣椒粉阳性参照物(经 8.7 kGy 剂量辐射, Mc CoRMick Ltd, 批号: SP12723, UK),用于仪器校正。

药材、饮片、成药购于流通领域或药材 GAP 生产基地,均由本所侯惠婵主任中药师和刘伯英主任中药师鉴定后磨粉。

^{60}Co 辐照由 2 家单位提供:①广州华大生物科技

有限公司, 钴源装载量 40 万居里, 动态方式辐照; ②广州辐锐高能技术有限公司提供, 钴源装载量 10 万居里, 静态方式辐照, 剂量率 1.44 Gy·min⁻¹ 或 3.50 Gy·min⁻¹, 剂量校准采用重铬酸钾(银)-高氯酸剂量计。除文中提到由②提供辐照外, 其余均由①提供辐照。

1.2 测定参数设置和仪器校正 每一测量周期为 60 s, 按暗计数、空容器、辣椒粉阴性参照物、阳性参照物顺序测定相应光子计数, 暗计数应小于 50, 空容器和阴性参照物光子计数应小于 700, 阳性参照物光子计数应大于 5000, 以保证仪器状态正常。

1.3 供试品测定 避光操作, 取药材粉末(过 5 号筛)约 2.0 g, 精密称定, 平铺于培养皿中, 测定 PSL 计数值, 得筛查 PSL 测定值。经筛查 PSL 测定后的样品, 盖上培养皿盖子, 以防样品的损失或污染, 将该样品置于 1 kGy 辐照剂量下照射后, 再次测定 PSL 计数值, 得校正 PSL 测定值。校正 PSL 与筛查 PSL 的比值为 F 值, 平行测定 3 次。

2 结果

2.1 结果判定方法的建立 测定了 162 个品种 222 批次中药材未辐照状态与辐照 1 kGy 后 PSL 的计数值, 由表 1 可见, 仅依据筛查 PSL 计数值进行判断, 若 PSL 计数值小于 700 判为阴性(未辐照样品), 700~5000 之间为可疑, 大于 5000 为阳性, 经辐照样品则当计数值在 700~5000 之间或大于 5000 时, 易出现假阳性判断。

表 1 222 批中药材未辐照与辐照 1 kGy 测得 PSL 计数值的统计结果[批(P/%)]

Table 1 Statistics of the PSL response of 222 batches non-irradiated and irradiated 1kGy medicinal herbs

PCs	< 700	700~5000	> 5000
总计	191	39	214
未辐照	191*(100 %)	27(69.2 %)	4(1.9 %)
辐照 1kGy	0(0 %)	12(30.8 %)	210(98.1 %)

注: * 单位为批 (百分比)。

随机选取以上 162 个品种中的 81 种, 统计未经辐照和辐照 1 kGy 的样品 PSL 计数值及 F 值, 由图 1 明显可见, 采用 F 值的区分度明显优于采用 PSL 计数值。所有经辐照样品的 F 值均小于 10, 而未辐照样品仅有决明子、莲子、吴茱萸共 3 批(占 1.85 %)F 值小于 10。该 3 批样品均为种子类, 表面附着的矿物质少, 故敏感度低。

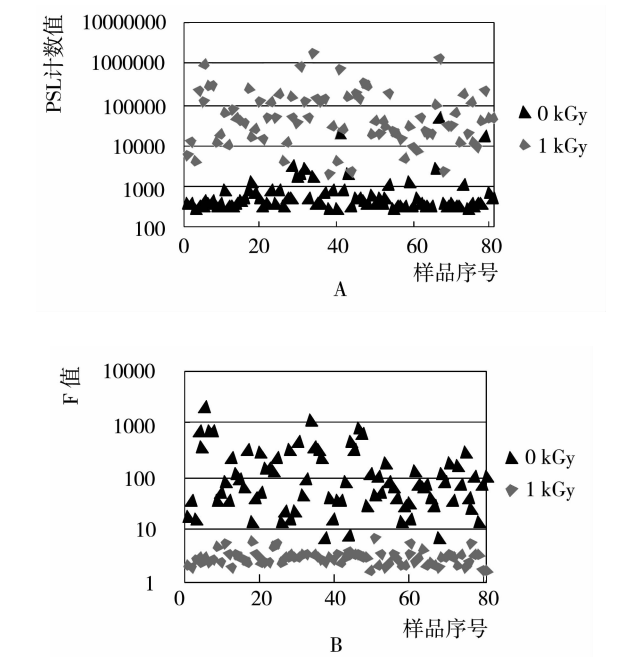


图 1 采用 PSL 计数值(A)和 F 值(B)区分未辐照与经辐照样品的比较

Figure 1 Identification of to identify non-irradiated and irradiated samples by using PSL response and F value

根据以上情况以及课题组前期试验结果^[6], 制定了结果判定标准, 见表 2。

表 2 结果判定标准

Table 2 The criterion for evaluation

筛查 PSL 平均值	校正 PSL 平均值	F 值平均值	结果判定
	≤700	-	不适用
< 700	> 700, 较筛查 PSL 轻微增加	< 10	敏感度低的阴性
	较筛查 PSL 有明显增加	≥10	阴性
≥700	与筛查 PSL 接近	< 10	阳性
	较筛查 PSL 有明显增加	≥10	阴性

2.2 本方法与欧盟方法的比较 欧盟方法有一套严谨但模糊性描述较多的结果判定标准, 简而言之: 根据筛查 PSL 进行初判, 再结合校正 PSL 值确认。当筛查 PSL < 700 时可能是阴性, 若校正 PSL > 5000 且远高于筛查 PSL, 判为阴性; 若 700 ≤ 校正 PSL ≤ 5000 判为低灵敏度阴性样品。当 700 ≤ 筛查 PSL ≤ 5000 不能直接判断, 可能经辐照处理, 可能是地质残留信号, 也可能为辐照物质稀释混合物; 若校正 PSL > 5000, 且远高于筛查 PSL 判为阴性; 当筛查 PSL > 5000 很可能经过辐照, 若校正 PSL > 5000, 且与筛查 PSL 同数量级判为阳性。另外, 还有一些分析错误或需要其他方法辅助分析的情形。

本方法的结果判定沿用了欧盟方法 700 的低限,但没有采用 5000 作为高限。因为,从大量样品的测定情况看,700 以下为 PSL 测定基础水平,只要样品中存在少量矿物质,接受低剂量的辐照,其 PSL 计数值均远远大于该水平,将计数值小于 700 的样品判定为阴性可靠性高。而 5000 的界限并不明显,未辐照过的样品 PSL 计数有大于 5000 的,辐照过的样品 PSL 计数也有小于 5000 的。

另外,本方法增设了 F 值,并以 F 大于等于或小于 10 为界进行划分,使判定规则较为简洁、明确。

对 29 个品种 78 批次中药材(其中 33 批次未辐照,45 批次分别经过一定剂量辐照,吸收剂量为 1, 2, 4, 6, 8 或 10 kGy)的测定结果,分别采用本方法和欧盟方法进行判定,部分典型结果比较见表 3。

除薏苡仁(1 kGy 剂量辐照)和菟丝子(未经辐照)外,其余 76 批样品两种方法的判定结果均一致。薏苡仁为种仁,附着的矿物质较少,1 kGy 的辐照剂量又较小,筛查 PSL 与校正 PSL 值均落在 700 与 5000 区间,按欧盟标准判定为“不能直接判断”;而按本方法,其 F 值小于 10,应判为阳性样品。本方法的判定结果与实际情况一致。菟丝子(未辐照)筛查 PSL 大于 5000,但校正 PSL 与筛查 PSL 值不在一个数量级上,按欧盟标准不能明确判定为“阳性”,仅为“可能阳性”;而按本方法,F 值大于 10,应判定为阴性。事实上该批样品未经辐照,只是有较多的泥沙,属于欧盟标准中假阳性(高 PSL 敏感性的未辐照样品)的情形。

表 3 两种判定方法的结果判断比较

Table 3 Comparison of the results obtained by the two methods

药材名称	辐照剂量 /kGy	筛查 PSL 值	校正 PSL	F 值	欧盟方法判定结果		本方法判定结果	
					判断依据	判断结果	判断依据	判断结果
白花蛇舌草	0	270	4,126	15	筛查 PSL< 700,700≤校正 PSL≤ 5000	-		-
白花蛇舌草	0	402	81,120	202		-	筛查 PSL< 700,F≥10	-
党参	0	480	129,526	270	筛查 PSL< 700,校正 PSL	-		-
麦芽	0	61	382,123	624	>5000	-		-
干姜	0	438	17877	41		-		-
天冬	0	611	119877	196		-		-
...	(属于该类情况的共 24 个)					-		-
川芎	0	787	595231	756	筛查 PSL> 700,校正 PSL	-	筛查 PSL> 700,F≥10	-
黄芩	0	2597	289334	111	>5000	-		-
...	(属于该类情况的共 7 个)					-		-
白芷	1	247008	334667	1.4		+		+
干姜	2	49004	48018	1.0	筛查 PSL> 5000,且校正	+	筛查 PSL≥ 700,F 值< 10	+
天冬	4	373032	204218	0.5	PSL 与筛查 PSL 同一数 量级	+		+
肉桂	6	36601	19692	0.5		+		+
侧柏叶	8	349841	175527	0.5		+		+
芡实	2	26880	20316	0.8		+		+
荆芥	4	1560283	1104374	0.7		-		-
...	(属于该类情况的共 44 个)					+		+
薏苡仁	1	2931	2354	0.8	700≤筛查 PSL≤5000; 700≤校正 PSL≤5000	不能直接判断	筛查 PSL≥ 700,F 值< 10	+
菟丝子	0	9961	2898325	291	筛查 PSL> 5000	可能阳性	筛查 PSL≥ 700,F 值≥	-

注:表中“-”表示未经辐照处理;“+”为经过辐照处理。

与欧盟的判定方法相比,本方法主要针对中药材及中药制剂,在大量中药样品测定及辐照前后 PSL 值变化情况统计分析的基础上制定,将欧盟标准中“远高于”、“同数量级”、“可能阳性”等较为模糊的描述具体化,更加适合辐照中药样本的鉴别。而同时,判定结果的准确度与欧盟方法一致,甚至优于欧盟方法。

2.3 检出限水平

2.3.1 辐照剂量的检出限水平 对 15 个植物药(木香、芦根、桑白皮、大腹皮、厚朴、桑叶、醋制五味子、麦芽、菊花、决明子、白花蛇舌草、茯苓、蒲黄、秦艽、阿胶),10 个矿物药(赤石脂、龙骨、浮石、磁石、赭石、滑石、芒硝、南寒水、自然铜、金礞石),1 个成药(保济丸),2 个辅料(硬脂酸镁、淀粉)进行了剂量从 0.1 kGy 到 10 kGy 的辐照,由广州辐锐高能技术有限公司制备。具体剂量为 0.1, 0.3, 0.5, 0.9, 1.0, 3.0, 6.0, 8.0, 10 kGy。测定未辐照及经各个剂量辐照样品的筛查 PSL 及校正 PSL,依法判定。结果仅浮石、磁石、芒硝、南寒水石、木香、厚朴、茯苓共 7 个品种经 0.1 kGy 辐照的样品及辅料硬脂酸镁经 1 kGy 以下剂量辐照样品的错判为未辐照,其他剂量均能正确鉴别。说明光释光法能正确鉴别的最小辐照剂量与供试品中残留的矿物质数量和种类有关,研究涉及的所有中药 0.3 kGy(含)以上剂量均能正确鉴别;敏感度高者低至 0.1 kGy 也能正确鉴别;辅料硬脂酸镁可能含矿物质特别少,需 1 kGy 以上的剂量才能检出。通常中药灭菌需使用 3 kGy 以上的剂量,故光释光法能够满足中药辐照鉴别的剂量检出水平要求。

2.3.2 对掺合稀释情况的检出 将钩藤、蒺藜、木香、菊花、厚朴、苍术、天花粉、广藿香、葛根、化橘红、白芷、薏苡仁、稻芽、薄荷、茯苓和广东神曲等 16 味药材粉末组成的混合药粉辐照处理,辐照剂量 1 kGy 和 5 kGy,分别掺合至没有经过辐照处理的辅料硬脂酸镁中,辐照药粉的掺合比例分别为 0.1 %、1 %、5 %、10 %、30 %、50 %、70 %、90 %,以考察在未辐照样品中混入不同比例的经过辐照处理药粉的检测情况。结果显示,掺合比例低至 0.1 % 的样品也能正确鉴别。当然,对掺合稀释物的检出,受辐照成分的敏感度影响,敏感度低则要较高的掺合比例才能检出。

2.4 重复性 不同时间测定空容器、辣椒粉阴性参照物、辣椒粉阳性参照物(8.7 kGy)的 PSL 计数值,结果见表 4,重复性测定结果完全能满足鉴别的要求。

表 4 PSL 计数值重复性

测定日期	PSL 计数值		
	空容器	辣椒粉阴性参照物	辣椒粉阳性参照物(8.7 kGy)
20120704	277	434	306375
20120705	377	694	247527
20120709	477	439	248815
20120710	371	488	240636
20120712	394	500	247936
20120718	459	676	214124
20120719	639	648	250900
20120720	554	466	244044
20120723	433	535	338730
20120724	456	552	274444
平均值	444	543	261353
RSD/%	22.8	17.9	13.8

另取不同批次的 2.3.2 项下混合药材粉末,不经辐照处理或经 5 kGy 辐照处理,每批分别做 3 个平行样,测定筛查 PSL 后置培养皿中辐照,剂量为 1 kGy,尽量避免晃动,测定校正 PSL,计算 F 值。结果见表 5,无论未辐照样品还是经辐照样品 3 份间的 F 值都比较接近。

表 5 F 值重复性(n=3)

Table 5 The repetitiveness of F value						
样品类型	样品批号	筛查 PSL	校正 PSL	F 值	F 值平均值	F 值 RSD/%
未辐照	20101201	4,618	162,834	35	27	26
		6,409	146,946	23		
		8,759	201,009	23		
	20101202	3,446	187,708	54	72	37
		4,143	243,218	59		
		2,145	220,742	103		
	20101203	3,022	184,360	61	51	18
		4,687	201,298	43		
		3,983	196,238	49		
经辐照	20101204	391,509	342,843	0.9	0.9	3
		422,576	376,563	0.9		
		367,479	309,327	0.8		
	20101205	451,185	390,468	0.9	0.8	12
		451,845	328,330	0.7		
		394,770	274,685	0.7		
	20101206	430,447	331,064	0.8	0.9	11
		347,143	330,760	1.0		
		329,805	305,792	0.9		

2.5 稳定性 对经 1 kGy 和 10 kGy 剂量辐照处理的木香、芦根、桑白皮、大腹皮、厚朴、桑叶、五味子、麦芽、菊花、蒲黄、决明子、白花蛇舌草、茯苓等不同药用部位的样品细粉(室温暗处贮存),PSL 计

数值会随着样品贮存时间的增加而下降,与文献^[9]的结果一致。6个月平均降低至0月的68%,12个月平均降低至53%,24个月平均降低至50%,下降的趋势逐渐减缓。虽然筛查PSL计数值减低了,但校正PSL与筛查PSL的比值仍小于10,24个月时F值在1.1~7.9之间,能正确鉴别。说明辐照的中药经贮存24个月仍能按本方法正确鉴别。

2.6 盲样测试结果 取未经辐照处理和经过5 kGy辐照处理的保济丸粉(盲样1)和玉屏风袋泡茶(盲样2)共27批,随机编号,在检测者不知样品是否经辐照的情况下,按照拟定方法测定筛查PSL与校正PSL,结果见表6和7。可见,所有判定结果与样品实际的处理情况完全一致,正确率达100%。

表6 盲样1的检测结果(n=3)

Table 6 The result of blind sample 1

编号	批号	辐照处理情况	筛查PSL	校正PSL	F值(平均值之比)	结果判断
18	1008135	未辐照	20492±7671	269203±14677	13	-
10	1008137	未辐照	3897±836	193965±8695	50	-
9	1008139	未辐照	2939±688	220374±33459	75	-
4	1008141	未辐照	4020±1551	206282±29306	51	-
1	1008143	未辐照	3245±1014	217223±27922	67	-
13	1008145	未辐照	6595±2077	170263±27787	26	-
19	1009101	未辐照	3541±1022	230469±26145	65	-
8	1009103	未辐照	5826±2030	234246±76986	40	-
14	1009105	未辐照	3039±116	152745±71463	50	-
2	1009107	未辐照	6618±3116	171470±21506	26	-
20	1008135	辐照	342220±38665	344505±35125	1.0	+
11	1008137	辐照	483504±64511	416342±55746	0.9	+
3	1008139	辐照	393855±27623	342911±33618	0.9	+
6	1008141	辐照	369132±53804	322539±14504	0.9	+
15	1008143	辐照	410414±36446	361151±71463	0.9	+
5	1008145	辐照	432600±32763	331161±57943	0.8	+
16	1009101	辐照	691017±440689	413284±28739	0.6	+
7	1009103	辐照	438499±85470	370148±70390	0.8	+
17	1009105	辐照	418416±91787	429446±83558	1.0	+
12	1009107	辐照	460979±89298	252277±75781	0.5	+

表7 盲样2的检测结果(n=1)

Table 7 The result of blind sample 2

编号	批号	辐照处理情况	筛查PSL	校正PSL	F值	结果判断
1	20101004	辐照	119762	102255	0.9	+
2	20101003	辐照	103906	84525	0.8	+
3	20101001	辐照	324197	248991	0.8	+
4	20101002	辐照	317690	278816	0.9	+
5	20101002	未辐照	306	131740	430.5	-
6	20101003	未辐照	348	129165	371.2	-
7	20101001	未辐照	412	143403	348.1	-

2.7 PSL计数值与剂量间关系初探 测定2.3.1项下各样品包含植物药、矿物药、成药、辅料共28个品种经系列剂量辐照后的PSL计数值,由广州辐锐高能技术有限公司提供辐照。以PSL计数值对辐照剂量做回归方程分析。剂量在0~0.9 kGy范围内,除硬脂酸镁因灵敏度太低无法拟合外,PSL计数值与辐照剂量基本呈一次线性关系,相关系数在0.9998~0.9303之间。在1~10 kGy范围内随着剂量的增大,PSL增加的趋势逐渐减弱,甚至剂量增加PSL计数值反而减小,按一次方程拟合线性不佳,若按二次方程或对数方程拟合则绝大多数品种的相关系数可达0.9以上。可能因为贮存在矿物质晶格中的能量当辐照剂量达到一定程度时出现了饱和现象,典型图形见图2。

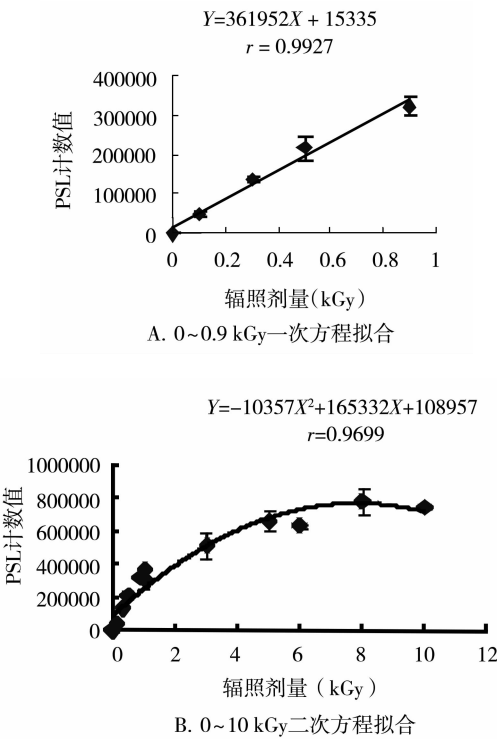


图2 芦根PSL计数值随辐照剂量变化情况

Figure 2 The relationship between PSL response and irradiation dose on Rhizoma Phragmitis

3 讨论

从研究的结果来看,本方法适用于绝大多数中药材的辐照鉴别。而成药中存在一类所用到的药材均是经过提取后应用的,我们称之为全浸膏入药。对这一类样品而言,几乎没有矿物质残留,PSL计数值很小,故可能出现筛查PSL,校正PSL均≤700的情况。对于该类样品,本方法不适用的。部分全浸膏入药的固体制剂属于此类,液体、半固体制剂也属于此类。(下转第107页)

2011, 9: 587-597.

- [13] 郑凌云. 利用人源性血管紧张素 II 构建大鼠心肌肥大模型的方法[J]. 卫生职业教育, 2005, 23(14): 117-118.
- [14] House SL, House BE, Glascock B, et al. Fibroblast growth factor 2 mediates isoproterenol-induced cardiac hypertrophy through activation of the extracellular regulated kinase[J]. Mol Cell Pharmacol, 2010, 2(4): 143-154.
- [15] Shahbaz AU, Sun Y, Bhattacharya SK, et al. Fibrosis in hypertensive heart disease: molecular pathways and cardioprotective strategies[J]. J Hypertens, 2010, 28(1): S25-S32.
- [16] Wu CC, Chen JS, Chen SJ, et al. Kinetics of adaptive immunity to cationic bovine serum albumin-induced membranous nephropathy[J]. Kidney Int, 2007, 72(7): 831-840.
- [17] 周玖瑶, 廖雪珍, 李锐. 肾复康对大鼠 C-BSA 肾炎的药理作用[J]. 广州中医药大学学报, 2000, 17(4): 342-347.
- [18] Wu SH, Wu XH, Liao PY, et al. Signal transduction involved in protective effects of 15(R/S)-methyl-1-lipoxygenase A4 on mesangiolipid-errative nephritis in rats[J]. Prostaglandins Leukot Essent Fatty acids, 2007, 76(3): 173-180.
- [19] 丑安, 周玖瑶, 周园, 等. 真武汤对 C-BSA 渗透泵肾小球肾炎大鼠的治疗作用[J]. 中药新药与临床药理, 2012, 23(6): 626-630.
- [20] 刘秀梅, 王玉伟, 初清. 纹状体内微量灌注 Tourette 综合征患者血清对大鼠刻板行为的影响[J]. 中国心理卫生杂志, 2010, 24(1): 69-72.
- [21] 姬媛媛, 刘俊田, 王志东, 等. 非诺贝特对血管紧张素 II 诱导的大鼠炎性反应的干预研究[D]. 西安: 西安交通大学医学院药理学系, 2008: 55-56.

(编辑: 梁进权)

(上接第 65 页)

本研究结果显示, 模型组大鼠肺内支气管平滑肌层及气道壁明显增厚, 上皮下胶原蛋白大量沉积; 姜辛夏颗粒能明显减轻哮喘大鼠的哮喘症状和支气管黏膜的炎症反应, 抑制 I、III、V 型胶原的合成, 缩小哮喘大鼠支气管总管壁面积、内壁面积及平滑肌面积, 其作用强度与地塞米松组相近, 说明姜辛夏颗粒可能通过抑制 I 型、III 型、V 型胶原蛋白的表达, 减小支气管壁的厚度, 减轻气道壁结构的病理变化, 从而达到预防和治疗哮喘气道重建的目的。

参考文献:

- [1] 林耀广. 现代哮喘病学[M]. 北京: 中国协和医科大学出版社, 2004: 160.
- [2] 余巍巍, 蔡双启. 哮喘大鼠肺内神经生长因子表达与气道炎症的相关性[J]. 武汉大学学报(医学版), 2011, 32(4): 469-472.

(上接第 96 页)

暴露的矿物质种类和数量不同是造成同一批样品测得 PSL 计数值有差异的最主要因素。本方法要求对待测样品进行粉碎处理正是为了让其中的矿物质充分暴露; 取混匀后的粉末约 2.0 g 是保证质地不同的绝大多数样品均能平铺于培养皿的底部, 且测定的面积大小固定, 更利于数据的一致性。

强光照射会造成 PSL 计数值的下降, 故同一份样品连续测定则计数值明显下降, 在强光下放置后的样品计数值明显下降。所以, 未测样品应在暗处保存, 尽量在暗处取样, 并以第一次测定的结果为准。

综上, 所建方法在灵敏度、准确度、稳定性方面均能满足鉴别要求, 与欧盟方法比较, 更适合中药产品, 判定规则更加简洁明确, 判定结果的准确度与欧盟方法一致, 甚至优于欧盟方法。

- [3] 张玉英, 李玲, 唐俊峰, 等. 姜辛夏冲剂对哮喘大鼠气道炎症的影响[J]. 辽宁中医杂志, 2006, 33(1): 122-123.
- [4] 张玉英, 何云义, 惠朋利, 等. 姜辛夏颗粒对支气管哮喘大鼠肺组织基质金属蛋白酶及其抑制剂含量的影响[J]. 中国中医药信息杂志, 2012, 19(2): 30-32.
- [5] 迟磊, 符州, 戴继宏, 等. 过敏性哮喘大鼠模型的建立[J]. 重庆医学, 2003, 32(4): 429-431.
- [6] 闻玉梅. 天然免疫与中西医结合[J]. 中西医结合学报, 2004, 2(1): 1-2.
- [7] 张元元, 陆党芝. 支气管哮喘气道重塑的研究进展[J]. 大理学院学报, 2006, 5(8): 59-62.
- [8] 李明才, 何韶衡. 转化生长因子 β 在哮喘气道炎症与重塑中的作用[J]. 中国病理生理杂志, 2004, 20(8): 1527-1530.
- [9] Lambert RKBR, Wiggs K, Kuwano JC, et al. Functional Significance of increased airway smooth muscle in asthma and COPD[J]. J Appl Physiol, 1993, 74: 2771-2781.

(编辑: 梁进权)

参考文献:

- [1] 赵永富, 汪昌保, 王超. 辐射灭菌技术在制药业上的最新应用进展[J]. 核农学报, 2006, 20(2): 143-147.
- [2] 张立雯, 江英桥, 林彤, 等. 中药辐照检测研究现状概述[J]. 中药材, 2011, 34(3): 482-487.
- [3] EN 13751(2002). Foodstuffs Detection of irradiated food using photo-stimulated luminescence[S]. Brussels: European Committee of Standardization.
- [4] Göktu Bayram, Henry Delincée. Identification of irradiated Turkish foodstuffs combining various physical detection methods[J]. Food Control, 2004, 15: 81-91.
- [5] Alberti A, Corda U, Fuochi P, et al. Light-induced fading of the PSL signal from irradiated herbs and spices[J]. Radiation Physics and Chemistry, 2007, 76: 1455-1458.
- [6] 毕福钧, 张立雯, 林彤, 等. 脉冲光激发系统法检测辐照中药材方法的建立[J]. 中草药, 2012, 43(11): 2279-2283.

(编辑: 宋威)