

微量元素对延胡索有效成分含量的影响

徐皓*, 咎丽霞, 赵桦

(陕西理工学院生物科学与工程学院, 陕西 汉中 723001)

[摘要] 目的: 探讨微量元素对中药材有效成分含量的影响。方法: 色谱柱为 Inertsil ODS C₁₈, 流动相为甲醇-磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) (60:40), 检测波长为 280 nm, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温为 25 ℃。结果: 延胡索乙素在 10~100 mg·L⁻¹ 呈良好的线性关系, 加样回收率为 101.4%, RSD 1.42%。结论: 叶面喷施铁肥对元胡中有效成分含量的增加有促进作用, 铜肥和锌肥的作用不明显。

[关键词] 延胡索; 微量元素; 延胡索乙素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)05-0090-03

Influence of Four Kinds of Trace Elements on Content of Effective Components in *Corydalis yanhusuo*

XU Hao*, ZAN Li-xia, ZHAO Hua

(School of Biological Science & Engineering, Shaanxi University of Technology, Hanzhong 723001, China)

[Abstract] **Objective:** Discussion the influence of trace elements on effective components of Chinese herbal medicine. **Method:** Using Inertsil ODS C₁₈ column, the methanol-phosphoric acid was used as the mobile, the detection wavelength was 280 nm, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and the column temperature was 25 ℃. **Result:** The linear range was 10-100 mg·L⁻¹, while the average recovery was 101.4% with RSD of 1.42%. **Conclusion:** Spraying iron fertilization can promote the effective component content of *Corydalis yanhusuo*, copper and zinc fertilization don't show obvious effect.

[Key words] *Corydalis yanhusuo*; trace elements; dl-tetrahydropalmatine

元胡为罂粟科紫堇属多年生草本植物延胡索 (*Corydalis yanhusuo* W. T. Wang) 的块茎, 又称延胡索、玄胡。块茎入药, 有活血散瘀, 理气止痛的作用, 主治胃痛、痛经、跌打损伤等^[1]。中药的功效与其所含微量元素存在着一种必然联系, 微量元素作为植物体内某些有机合成反应的催化剂或参与植物有效成分的结构功能而影响植物化学成分的形成和积累, 从而最终影响药材的药理活性^[2]。微量元素施肥在中草药栽培中已得到广泛应用, 且效果明显, 尤其是铁, 锰, 铜, 锌等常见必需元素^[3-8]。本研究通过叶面喷施微肥, 探讨微量元素对元胡中有效成分

含量的影响, 为元胡的优质高产栽培及资源开发利用提供依据。

1 材料

取自汉中市城固县舒家营元胡种植基地。选取 5 块大小相同的元胡种植地, 分别喷施浓度 0.16% 的硫酸亚铁、0.08% 的硫酸锰、0.03% 的硫酸铜和 0.03% 的硫酸锌。3 月中旬开始喷施, 4 月底结束, 每 3 天喷 1 次, 待元胡成熟后, 分别采收块茎。

Waters 2849 高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司), 超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司), 电子分析天平 TP-214 (美国丹佛), FW117 型中草药粉碎机 (天津市泰斯特仪器有限公司), GM-0.33A 隔膜真空泵 (天津津腾实验设备有限公司), TTL-10A 超纯水器 (北京同泰科技发展有限公司); 延胡索对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 110726-201011); 甲醇、磷酸、三乙胺均为分析纯。

[收稿日期] 20110801(010)

[基金项目] 陕西省教育厅自然科学专项项目 (2010JK460)

[通讯作者] * 徐皓, 硕士, 副教授, 从事植物资源开发利用研究, Tel: 0916-2641661, E-mail: xh2003@126.com

2 方法

2.1 色谱条件 色谱柱为 Inertsil ODS C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) (60:40), 检测波长为 280 nm, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温为 25 °C, 进样量 10 μL。

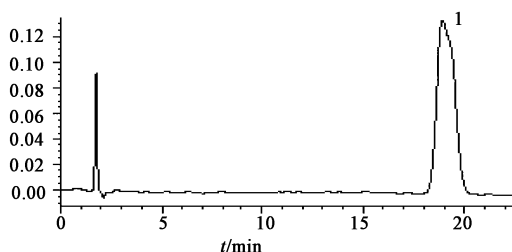
2.2 样品制备 用去离子水洗净中药材, 切片后于鼓风干燥箱中 60 °C 下烘干至恒重, 干燥后粉碎, 过 40 目筛。

样品溶液制备: 精密称取喷施铁肥、锰肥、铜肥、锌肥以及空白对照 5 种条件下的元胡药材粉末各 5 g, 样品对应标记为 1, 2, 3, 4, 5。分别置于 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶液至刻度线, 超声 40 min, 冷却至室温, 补足缺失的溶剂, 摇匀, 抽滤, 再置于 100 mL 量瓶中, 加甲醇定容到刻度线。

2.3 对照品母液的制备 精密称取延胡索乙素标准品 10 mg 置于 50 mL 量瓶中加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得浓度为 0.2 g·L⁻¹ 的标准液, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取滤液, 即得对照品母液。

3 结果

3.1 线性关系考察 分别取对照品母液 0.5, 1, 3, 4, 5 mL 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀得到系列标准液。浓度分别为 10, 20, 60, 80, 100 mg·L⁻¹。在 2.2 项的色谱条件下进样, 以进样量为横坐标 (X), 以延胡索乙素的峰面积为纵坐标 (Y), 得回归方程 $Y = 8\ 250X - 1\ 310$ ($r = 0.999\ 9$), 延胡索乙素在 10 ~ 100 μg 呈良好的线性关系 (见图 1)。



1. 延胡索乙素

图 1 延胡索乙素对照品色谱图

3.2 精密度、稳定性试验 取浓度为 60 mg·L⁻¹ 的标准品溶液按样品测定方法操作, 连续进样 6 次, 每次 10 μL, 测定峰面积, 得 RSD 1.4%, 说明仪器精密度良好。取样品 1 溶液在 2.2 项的色谱条件下进样测定, 每隔 2 h 测定 1 次, 每次 10 μL, 共测定 6 次, 得 RSD 1.25%, 结果显示样品溶液在室温、避光的情况下 12 h 内稳定。

3.3 重复性试验 取同一种元胡药材样品 5 份, 分

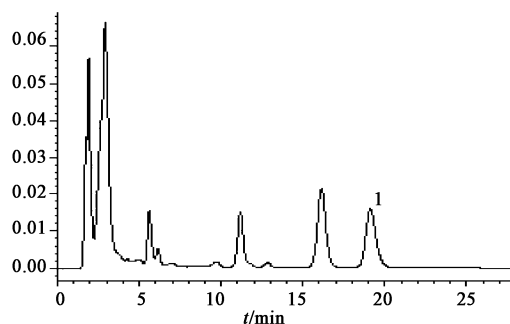
别精密称量, 按 2.2 方法配制样品溶液, 分别进样 10 μL, 测定色谱峰面积, 得 RSD 1.69% ($n = 5$), 说明此方法的重复性良好。

3.4 加样回收率试验 精密称取已知含量的某一样品 6 份, 每份约 1 g, 分别加入适量延胡索乙素对照品, 按 2.2 方法制备供试品溶液, 进样测定, 回收率为 101.4%, RSD 1.42% (见表 1)。

表 1 延胡索乙素加样回收率试验

No.	样品量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	平均回收率 /%	RSD /%
1	1.04	1.81	1.34	3.16		
2	1.08	1.88	1.41	3.31		
3	1.21	2.11	1.05	3.19		
4	1.12	1.95	1.14	3.09	101.4	1.42
5	1.13	1.97	1.43	3.45		
6	1.03	1.79	1.54	3.35		

3.5 样品含量的测定 取一定量的 5 种样品于样品瓶中, 按上述色谱条件进行测定, 得到样品色谱图, 出峰时间与标准品吻合, 与其他物质能有效分离 (见图 2)。按外标法以峰面积计算, 测延胡索乙素含量, 样品 1 中平均含量为 93.618 mg·L⁻¹、样品 2 中平均含量为 81.594 mg·L⁻¹、样品 3 中平均含量为 86.979 mg·L⁻¹、样品 4 中平均含量为 79.827 mg·L⁻¹、样品 5 中平均含量为 89.552 mg·L⁻¹。可以看出施铁肥的元胡中有效成分延胡索乙素含量最高, 空白组中延胡索乙素的含量较高, 施铜、锰肥料的元胡中延胡索乙素含量次之, 施锌肥元胡中延胡索乙素含量最低。对所得数据进行单因素方差分析, 在 $\alpha = 0.05$ 水平上, 差异显著 (见表 2)。



1. 延胡索乙素

图 2 样品色谱图

表 2 单因素方差分析

变差来源	平方和	自由度	均方	F
品系间	643.23	4	160.81	335.02*
误差	9.53	20	0.48	
总和	652.76	24		

HPLC 测定左归丸中齐墩果酸与熊果酸含量

张汶婕*, 管大平, 钱世兵

(安徽省铜陵市食品药品检验所, 安徽 铜陵 244000)

[摘要] 目的: 建立 HPLC 测定左归丸中齐墩果酸、熊果酸含量的方法。方法: 采用反相高效液相色谱法, Sunfire C₁₈ 柱, 甲醇-水 (85:15) (磷酸二氢钠调 pH 6.5), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 215 nm, 柱温 25 °C。结果: 齐墩果酸在 0.05 ~ 1.0 μg 线性关系良好 ($r=0.9999$), 回收率 97.7% (RSD 1.39%, $n=6$); 熊果酸在 0.1 ~ 2.0 μg 线性关系良好 ($r=0.9999$), 回收率 98.3% (RSD 0.82, $n=6$)。结论: 方法可用于左归丸中熊果酸、齐墩果酸的含量测定。

[关键词] 左归丸; 齐墩果酸; 熊果酸; 高效液相色谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)05-0092-03

Determination of Ursolic Acid and Oleanolic Acid in Zuogui Wan by HPLC

ZHANG Wen-jie*, GUAN Da-ping, QIAN Shi-bing

(Tongling Institute for Food and Drug Control, Tongling 244000, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a HPLC method for the determination of ursolic acid and oleanolic

[收稿日期] 20111005(002)

[通讯作者] * 张汶婕, 硕士学位, 主管药师, 从事中药检验工作, Tel: 0562-2831625, E-mail: zhangwenjie 85@163.com

4 讨论

中药中微量元素与其功效存在着一种必然联系, 它们在功效中占的地位不容低估。许多事实证明, 无机成分的药理作用及活性, 在发挥药物疗效方面, 有着十分重要的作用^[9]。有学者测定了 7 种补益中药的微量元素, 结果表明, 补血、补气中药铁、锰、锌、铜的含量较高^[10]。本实验选用元胡药材具有活血、散瘀、理气止痛等功效, 从药理作用来看, 铁元素含量应该较高, 这和我们的实验结果一致。方差分析说明喷施铁元素肥料对元胡药材有效成分含量有一定提高, 且相对于锰、铜、锌元素, 铁元素的影响作用显著。

[参考文献]

- [1] 中国植物志编辑委员会. 中国植物志. 第 32 卷[M]. 北京: 科学出版社, 1999: 475.
- [2] 谢学建, 张俊慧, 马爱华. 微量元素与中药功效关系[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(10): 79.
- [3] 韩建萍, 梁宗锁, 张文生. 微量元素对丹参生长发育及有效成分的影响[J]. 植物营养与肥料学报, 2005,

11(4): 560.

- [4] 董诚明, 徐鹏, 苏秀红, 等. 锌对冬凌草产量及其有效成分含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(3): 58.
- [5] 张明昶, 麻秀萍, 徐文芬. 微量元素与六味地黄丸组方关系研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(8): 100.
- [6] 孙曙光, 刘伟, 董诚明. 施肥方法对栽培柴胡有效成分含量的影响[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12): 3288.
- [7] 许祖刚, 赵长星, 王月福. 施钾量对北沙参根有效成分含量变化的影响[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(31): 15241.
- [8] 张秀玥, 李明荣, 张启东, 等. 不同微肥施用量对白及产量及品质的影响[J]. 贵州农业科学, 2009, 37(2): 31.
- [9] 秦俊法, 林宣贤. 中国的中药微量元素研究[J]. 广东微量元素科学, 2010, 17(12): 1.
- [10] 邵红, 边才苗. 7 种补益中药微量元素的含量及溶出率测定[J]. 广东微量元素科学, 2002, 9(11): 51.

[责任编辑 蔡仲德]