

火焰原子吸收光谱法测定紫背金盘中微量元素的含量^Δ

李云耀*, 易刚强#, 刘文龙, 陈丽琴, 江星明, 黄培(湖南中医药大学中药现代化重点实验室/国家中医药管理局药性与药效三级科研实验室, 长沙 410208)

中图分类号 R284.1;R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)11-1013-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.11.19

摘要 目的:建立测定紫背金盘中7种微量元素(Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K)含量的方法。方法:采用凯氏法消解药材,利用火焰原子吸收光谱法对紫背金盘中Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K的含量进行测定。结果:每1g紫背金盘中平均含微量元素Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K分别为21 644、1 043、52.85、7.093、72.070 6、3.231、118.3 μg,各元素含量高低依次为Ca>Fe>K>Cu>Mn>Zn>Co。结论:紫背金盘中Ca、Fe元素的含量较高。本方法简便、快速、准确,同一样品处理液可以连续测定多种金属元素的含量。本试验结果可为研究微量元素与紫背金盘药理作用的关系提供依据。

关键词 紫背金盘;火焰原子吸收光谱法;微量元素;含量测定

Content Determination of Trace Element in *Ajuga nipponensis* by FAAS

LI Yun-yao, YI Gang-qiang, LIU Wen-long, CHEN Li-qin, JIANG Xing-ming, HUANG Pei (Key Laboratory of TCM Modernization, Hunan University of TCM/Three-level Scientific Research Laboratory of Medicine Property and Efficacy, State Administration of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410208, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To determine the contents of 7 kinds of trace elements, Ca, Fe, Mn, Zn, Cu, Co and K in *Ajuga nipponensis*. METHODS: The contents of Ca, Fe, Mn, Zn, Cu, Co and K in *A. nipponensis* were determined by using flame atomic absorption spectroscopy (FAAS). RESULTS: The contents of Ca, Fe, Mn, Zn, Cu, Co and K in *A. nipponensis* were 21 644, 1 043, 52.85, 7.093, 72.070 6, 3.231 and 118.3 μg/g, respectively. The contents of each element in descending order were Ca>Fe>K>Cu>Mn>Zn>Co. CONCLUSION: The contents of Ca and Fe in *A. nipponensis* are higher than others. The method is simple, rapid and accurate, and same disposing liquid can be used for the content determination of multiple metallic elements. The study can provide reference for the relationship study between trace element and pharmacological action of *A. nipponensis*.

KEY WORDS *Ajuga nipponensis*; Flame atomic absorption spectroscopy; Trace element; Content determination

紫背金盘为唇形科植物紫背金盘 *Ajuga nipponensis* Makino 的全草,又名白毛夏枯草、破血丹、筋骨草、石灰菜、九味菜、散瘀草、散血丹、退血草、散血草等。它具有清热解毒、凉血散瘀、消肿止痛的功效,民间用于治疗咽喉肿痛、乳痈、肠痈、疮痈肿毒、跌打肿痛、外伤出血、毒蛇咬伤等,具有很好的疗效。该植物主要分布在我国东部、南部及西南各省、西北至秦岭南坡;此外,日本、朝鲜亦有分布^[1-11]。目前,对紫背金盘的研究已有很多报道,但未见有关紫背金盘中微量元素含量测定的报道。因此,笔者采用火焰原子吸收光谱(FAAS)法对紫背金盘中Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K 7种微量元素的含量进行测定^[12],旨在为研究微量元素对紫背金盘药理作用的影响提供依据。

1 材料

1.1 仪器

TAS-Super-990型原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限公司);Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K空心阴极灯(北京曙光

Δ基金项目:湖南省自然科学基金资助项目(No.JJ116079);湖南省中医药科研计划项目资助(No.2010023)

*实验师,硕士研究生。研究方向:中药新药开发。电话:0731-88458227。E-mail:fm99@yahoo.com.cn

#通信作者:副教授。研究方向:中药资源、中药有效成分分析及中药生物技术。电话:0731-88458117。E-mail:ygq8228@163.com

明电子光源仪器有限公司);ECH-II型微机控温加热板(上海新仪微波化学科技有限公司);AUY-120型电子天平(日本Shimadzu公司);JC101型电热鼓风干燥箱(南通嘉程仪器有限公司);超纯水系统(美国Pine-Tree系统)。

1.2 药材

紫背金盘由民间“赤脚医生”阮炳胜在湖南宁乡县草地、林地及阳坡地采集,经湖南中医药大学药学院彭菲教授鉴定为唇形科筋骨草属植物紫背金盘 *A. nipponensis* Makino 的全草。将药材切成约2 cm长度,晒干,备用。

1.3 试剂

硝酸(HNO₃, AR, 衡阳市凯信化工试剂有限公司,批号:20100824);高氯酸(HClO₄, AR, 天津市鑫源化工有限公司,批号:20110020);Mn标准液(0.100 0 mg/ml,天津市光复精细化工研究所);Co标准液(500 mg/L,国家钢铁材料测试中心);水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品前处理

取药材粗粉(过三号筛)1.0 g,精密称定,置于100 ml凯氏瓶中,加入20 ml 65% HNO₃-70% HClO₄(4:1, V/V),瓶口盖玻璃漏斗,漏斗内放玻璃珠,置于通风橱内,过夜。次日于电炉上缓慢加热消解固态物,根据棕色气体冒出速度调节加热温度,保持微沸状态下的温和反应,补加2~3次相同质量分数的

HNO₃, 每次 5 ml, 加热反应至冒出白烟, 溶液呈淡黄色透明状, 开盖蒸去 HNO₃ 蒸汽, 自然冷却后加入适量超纯水稀释, 滤过。将样品溶液移入 100 ml 量瓶中, 以超纯水定容, 摇匀, 待测液, 平行测定 3 次; 同时制备一份空白液^[13]。

2.2 AAS 工作条件

用 TAS-Super-990 型原子吸收分光光度计, 采用空气-乙炔火焰测定。仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

Tab 1 Operation conditions of FAAS

元素	波长, nm	光谱带宽, nm	灯电流, mA	空气压力, MPa	乙炔流量, ml/min
Ca	422.8	0.4	3.0	0.22	1 700
Fe	248.5	0.2	4.0	0.22	1 700
Mn	279.5	0.2	2.0	0.22	1 700
Zn	213.9	0.4	3.0	0.22	1 000
Cu	324.7	0.4	3.0	0.22	2 000
Co	240.7	0.2	4.0	0.22	1 300
K	766.9	2.0	2.0	0.22	1 700

2.3 标准曲线的制备

依据 2010 年版《中国药典》(一部)标准溶液配制法^[12]制备标准溶液。分别取各溶液 2 ml, 置于 25 ml 量瓶中, 用超纯水稀释并定容后摇匀。其中, Mn 和 Co 标准溶液是自行配制。标准溶液质量浓度见表 2; 回归方程见表 3。

表 2 标准溶液质量浓度 (μg/ml)

Tab 2 Concentration of processing fluid (μg/ml)

元素	标液 1	标液 2	标液 3	标液 4	标液 5	标液 6
Ca	0.00	0.00	5.00	10.00	15.00	20.00
Fe	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
Mn	0.00	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
Zn	0.00	1.00	2.00			
Cu	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	
Co	0.00	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
K		0.20	0.40	0.80	1.00	

表 3 回归方程

Tab 3 Regression equation

元素	线性范围, g/ml	回归方程	r
Ca	0.00~20.00	$A=0.0153c-0.0094$	0.9977
Fe	0.00~4.00	$A=0.1227c+0.0166$	0.9965
Mn	0.00~2.00	$A=0.3231c+0.0065$	0.9990
Zn	0.00~2.00	$A=0.1610c+0.0140$	0.9931
Cu	0.00~0.80	$A=0.0628c+0.0010$	0.9995
Co	0.00~2.00	$A=0.1289c+0.0078$	0.9993
K	0.20~1.00	$A=0.5275c+0.0898$	0.9989

2.4 精密度试验

按上述仪器工作条件对同一标准溶液平行测定 5 次。结果, RSD < 4.5% (n=5), 表明仪器精密度良好。

2.5 样品中微量元素的含量测定

按上述仪器工作条件测定样品溶液中 Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K 7 种微量元素的含量, 结果见表 4。

由表 4 可知, 每 1 g 紫背金盘中平均含 Ca、Fe、Mn、Zn、Cu、Co、K 分别为 21 644、1 043、52.85、7.093、72.070 6、3.231、118.3 μg。其中, Ca 元素的含量最高, Fe 元素次之, 随后依次为 K、Cu、Mn、Zn、Co 元素含量最低。

3 讨论

Ca 既可以促进体格发育、坚固骨骼, 又可以加强大脑皮层

表 4 紫背金盘中各微量元素的含量 (μg/g)

Tab 4 Content determination of trace elements in *A. nipponensis* (μg/g)

元素	样品 1	样品 2	样品 3	平均值	RSD, %	检测限
Ca	21 337	20 568	23 028	21 644	0.058	12.040 0
Fe	1 075	984	1 071	1 043	0.049	0.969 3
Mn	52.91	52.76	52.89	52.85	0.002	0.451 2
Zn	8.086	6.296	6.899	7.093	0.128	-0.239 1
Cu	75.570 0	63.355 7	77.284 5	72.070 6	0.105	0.385 1
Co	2.895	3.797	2.999	3.231	0.153	-0.780 9
K	112.5	115.4	127.0	118.3	0.065	-0.167 8

的抑制过程, 具有消炎、消肿、抗过敏及解毒作用; Mn 是超氧化物歧化酶的重要组成部分, 在清除超氧化物、增强机体免疫功能方面具有重要的作用; Fe 是人体极为重要的必需微量元素, 是组成血红蛋白的重要原料, 机体一旦缺铁就会发生营养性贫血, 导致免疫功能降低; Zn 对生物体内的免疫功能起调控作用, 可通过酶系统发挥对机体代谢的调节和控制, 达到抗菌、抗病毒作用; Cu 在生物体中的作用主要是参与构成体内具有特殊生理机能的物质, 是多种酶系统的活化剂、辅因子或组织成分, 参与和调节生物的多种生命活动过程; Co 是维生素 B₁₂ 极其重要的组成成分, 而维生素 B₁₂ 是参与红细胞生成的要素, Co 还参与胆碱、蛋氨酸等的合成及脂肪与糖的代谢, 并可影响甲状腺代谢; K 是维持生命不可或缺的必需物质, 在人体内的主要作用是维持酸碱平衡、参与能量代谢以及维持神经肌肉的正常功能, 它和钠共同作用, 调节体内水分的平衡并使心跳规律化, 对协助维持稳定的血压及神经活动的传导起着非常重要的作用^[14-17]。

本试验采用 FAAS 法测定紫背金盘中上述 7 种微量元素的含量, 方法简便、快速、准确, 同一样品处理液可以连续测定多种金属元素的含量。本试验结果可为研究微量元素与紫背金盘药理作用的关系提供依据。

参考文献

- [1] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物图鉴: 第三册[M]. 北京: 科学出版社, 1980: 614.
- [2] 董汉良. 家有筋骨草, 红肿热痛消[J]. 中国社区医师, 2003, 19(11): 43.
- [3] 刘斌, 石任兵, 葛小侠, 等. 筋骨草属植物化学成分与药理活性[J]. 国外医药植物药分册, 2001, 16(3): 96.
- [4] 蔡光先. 湖南药物志: 第七册[M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 2004: 614.
- [5] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1998: 6 004.
- [6] 吴其浚. 植物名实图考[M]. 1 版. 上海: 商务印书馆, 1957: 393-394, 445.
- [7] 吴征镒. 云南植物志[M]. 北京: 科学出版社, 2006: 522.
- [8] 李云耀, 易刚强, 陈晓阳, 等. 中草药紫背金盘研究现状与展望[J]. 湖南中医药大学学报, 2010, 30(8): 64.
- [9] 戴子启, 李云耀, 易刚强, 等. 筋骨草属几种易混植物本草考证及鉴定[J]. 中国医药导报, 2010(3): 104.
- [10] 杨悟新, 易刚强, 李云耀, 等. 紫背金盘中挥发油成分的 GC-MS 分析[J]. 湖南中医药大学学报, 2010, 30(9): 105.
- [11] 李云耀, 易刚强. 紫背金盘草中木犀草素的定性分析[J]. 中国当代医药, 2011, 18(7): 9.

通脉糖眼明胶囊的质量标准研究[△]

周训蓉*, 屈相玲, 朴春梅(贵阳中医学院第二附属医院, 贵阳 550001)

中图分类号 R283.65;R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)11-1015-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.11.20

摘要 目的:提高通脉糖眼明胶囊的质量标准。方法:采用薄层色谱(TLC)法对方中黄芪、丹参和三七进行定性鉴别,采用高效液相色谱法测定制剂中丹酚酸B的含量。结果:TLC斑点清晰,分离度好;丹酚酸B的进样量在0.076~3.890 μg($r=0.999\ 9, n=6$)范围内与峰面积积分值呈良好线性关系,平均加样回收率为98.93%,RSD=3.57%($n=9$)。结论:所建标准可用于通脉糖眼明胶囊的质量控制。

关键词 通脉糖眼明胶囊;薄层色谱法;丹酚酸B;高效液相色谱法

Quality Standard for Tongmai Tangyanming Capsule

ZHOU Xun-rong, QU Xiang-ling, PU Chun-mei(The Second Affiliated Hospital of Guiyang College of TCM, Guiyang 550001, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To improve the quality standard for Tongmai tangyanming capsule. METHODS: TLC was used for qualitative identification of Astragali Radix, *Salvia miltiorrhiza* and *Panax notoginseng*. The content of salvianolic acid B was determined by HPLC. RESULTS: TLC spot was clear and well-separated. The linear range of salvianolic acid B was 0.076-3.890 μg($r=0.999\ 9, n=6$) with an average recovery of 98.93% (RSD=3.57%, $n=9$). CONCLUSION: The method can be applied for the quality control of Tongmai tangyanming capsule.

KEY WORDS Tongmai tangyanming capsule; TLC; Salvianolic acid B; HPLC

通脉糖眼明胶囊是我院的医院制剂,组方源自内分泌科临床验方,由黄芪、丹参、三七、决明子、青箱子等8味中药组成,具有益气养阴、活血通络、明目退翳的功效,主治气阴两虚或气阴两虚夹血瘀引起的消渴、视瞻昏渺证。用黄芪补气升阳、益卫固表,为主药;丹参、三七活血通络,以增强行气之功效,为辅药;用决明子、青箱子清肝明目,直达发病部位,为使药。全方合用,标本兼治,共奏益气养阴、明目退翳之功效。

为了进一步完善、提高通脉糖眼明胶囊的质量标准,有效控制产品内在质量,笔者建立了黄芪、丹参、三七的薄层色谱(TLC)鉴别方法,并采用高效液相色谱(HPLC)法对制剂中有效成分丹酚酸B进行含量测定。

1 材料

1.1 仪器

1100 HPLC 仪、紫外-可见光检测器(美国安捷伦科技公

司);十万分之一电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司);HB-10250 超声波清洗器(上海跃进医用光学器械厂,功率:250 W,频率:40 kHz);高速离心机(北京医用离心机厂)。

1.2 药品与试剂

通脉糖眼明胶囊(批号:20100901、20100902、20100903)及相应阴性样品均由贵阳中医学院第二附属医院中药制剂室自制;丹酚酸B对照品(中国食品药品检定研究院,批号:111562-200908);甲醇为色谱纯,甲酸为分析纯,水为娃哈哈饮用纯净水。

1.3 药材

黄芪、丹参、三七对照药材(中国食品药品检定研究院,批号:20974-201110、120923-201113、120941-201108)。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别^[1-6]

[12] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:附录32.

[13] 高秀红,王朝晖,张桂荣,等.导数火焰原子吸收法测定六味地黄丸和枸杞子中的微量铬[J].中国医院药学杂志,2002,22(7):410.

[14] 刘志伟,郭巍,朱光华,等.火焰原子吸收光谱法测定几种中草药中金属元素含量[J].齐齐哈尔医学院学报,2010

(16):2598.

[15] 易刚强,李云耀,李晓龙,等.紫背金盘水提物和醇提物抑菌作用的研究[J].湖南中医药大学学报,2011,31(3):31.

[16] 易刚强,李云耀,李晓龙,等.紫背金盘水提物和醇提物解热作用的研究[J].湖南中医药大学学报,2010,30(11):26.

[17] 杨晓华,刘英华,王玉春,等.流动注射氯化物发生-原子吸收法测定乙肝疫苗中硫柳汞的含量[J].中国药房,2008,19(13):1013.

△基金项目:贵州省中药现代化科技产业研究开发专项项目(黔科合中药字[2011]5012号)

*副主任药师。研究方向:中药学,医院药学。电话:0851-5283585。E-mail:13308500362@189.cn

(收稿日期:2012-04-01 修回日期:2012-11-09)