

周玉波,吴毅斌,高晓忠. 枇杷叶及其蜜炙品中金属元素含量的测定[J]. 江苏农业科学,2013,41(10):276-277.

枇杷叶及其蜜炙品中金属元素含量的测定

周玉波, 吴毅斌, 高晓忠
(绍兴文理学院化学化工学院, 浙江绍兴 312000)

摘要:采用火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定枇杷叶及其蜜炙品中 Fe、Cu、Mg、Ca、Mn、Zn、Ni、Cr、Pb 9 种金属元素的含量,结果表明,枇杷叶经蜜炙后除 Ca 和 Mn 有所增加外,其余元素含量均降低,其中 Pb 含量有较大程度地下降,这为进一步研究枇杷叶炮制机理提供参考数据。

关键词:枇杷叶;微量元素;蜜炙;火焰原子吸收光谱法

中图分类号: R284.2;S667.301 **文献标志码:** A **文章编号:**1002-1302(2013)10-0276-02

枇杷叶系蔷薇科枇杷属植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.] 的干燥叶^[1],是一种常用中药,收载于历版中国药典,供中医临床使用。枇杷叶归肺经、胃经,具清肺止咳、降逆止呕的作用,用于治疗肺热咳嗽、气逆喘气、胃热呕逆及烦热口渴之症状^[2]。枇杷叶炮制方法较多,由宋代一直沿袭到现在,临床多用其蜜炙品,蜜炙后其有效成分都有很大变化^[3-4]。近年来,有关中药金属元素的研究逐步成为人们关注的热点,金属元素与人体健康密切相关^[5],中药炮制可导致金属元素含量发生变化,可能会影响到中药的药性、功效和使用安全性。本试验采用火焰原子吸收光谱法(FAAS)对枇杷叶蜜炙前后的金属元素含量进行测定,为研究枇杷叶炮制的相关检测和药理学研究提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与试材

AA-6300 型原子吸收分光光度计(日本岛津公司);可调式电热板(ML-1.8-4 型,北京科伟永兴仪器有限公司);

收稿日期:2013-03-04

基金项目:浙江省教育厅科研项目(编号:Y201122331)。

作者简介:周玉波(1981—),女,浙江奉化人,博士,讲师,从事中药与天然药物研究。Tel:(0575) 88342606;E-mail:wszyb9132000@126.com。

分析天平(AB204-N 型,梅特勒-托利多仪器上海有限公司);粉碎机(FZ102 型,北京市永光明医疗仪器厂)。

Fe、Cu 等各元素标准储备液(全部按照国家标准研究中心的标准溶液配制方法配制),质量浓度均为 1 mg/mL;浓硝酸(优级纯,上海国药集团化学试剂有限公司);高氯酸(优级纯,上海金鹿化工有限公司);试验用水为超纯水。

枇杷叶(购于浙江震元医药连锁有限公司,产地为浙江);蜂蜜(浙江绍兴金宇蜂业研究所)。枇杷叶炮制方法按照 2010 年版中国药典规定进行。

1.2 样品消解

分别称取 1.000 0 g 枇杷叶及其炮制品粉末(干燥至恒重,过 40 目筛),将其置于 100 mL 锥形瓶中,然后加入硝酸-高氯酸(4:1)混合酸 20 mL,盖上表面皿放置过夜后,次日置于电热板上缓慢加热,消化至溶液冒白烟,溶液蒸发至近干,稍冷,用 1% 硝酸将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容。同时制备空白溶液。

1.3 仪器工作条件

将标准贮备液用 1% 硝酸稀释成标准系列,原子吸收分光光度法测定获得各个元素的最佳工作条件见表 1。按仪器最佳工作条件测定空白、系列标准溶液和样品溶液中各元素的吸光度,用仪器自带的分析软件直接得出各元素含量。

表 4 不同温度对橙皮黄酮类提取物抑菌活性的影响

供试菌	黄酮类提取物的抑菌效果				
	40 ℃	60 ℃	80 ℃	100 ℃	121 ℃
金黄色葡萄球菌	-	-	-	+	+++
大肠杆菌	-	-	-	++	+++
枯草芽孢杆菌	-	-	-	++	+++
酿酒酵母	-	-	-	+	+++
黑曲霉菌	-	-	-	+	+++

注同表 2。

的 pH 值范围,橙皮黄酮类提取物不仅可用于酸性食品的储藏保鲜,还可以用于弱碱性食品的保藏。而常用的食品防腐剂苯甲酸、山梨酸及其盐类为酸性防腐剂,只有在酸性条件下才能发挥较好的防腐效果,在中性乃至偏碱性的食品中使用

时效果明显下降。由此可见,与常用防腐剂相比,橙皮黄酮类提取物的应用范围更广,可以在某种程度上代替上述常规防腐剂使用。

参考文献:

[1]周荣汉. 药用植物化学分类学[M]. 上海:上海科学技术出版社,1985:251-321.
[2]周 达. 玫瑰花黄酮类化合物的提取、分离及生物活性研究[D]. 天津:天津商业大学,2010:46-54.
[3]冯作山. 新疆沙棘叶黄酮类化合物提取、纯化及抑菌性研究[D]. 乌鲁木齐:新疆农业大学,2007:36-42.
[4]曾超珍,刘志祥,韩 磊. 黄芩总黄酮提取技术及其抑菌活性研究[J]. 时珍国医国药,2009,20(6):1342-1343.

表 1 原子吸收分光光度计测定各微量元素最佳工作条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	乙炔流量 (L/min)
Fe	248.3	0.2	12	1.8
Cu	324.8	0.7	6	1.8
Mg	285.2	0.7	8	1.8
Ca	422.7	0.7	10	1.8
Mn	279.5	0.2	10	1.8
Zn	213.9	0.7	8	1.8
Ni	232.2	0.2	12	1.8
Cr	357.8	0.7	10	1.8
Pb	283.2	0.7	10	1.8

2 结果与分析

2.1 标准工作曲线

对各元素系列标准溶液进行测定,得到各元素标准工作曲线的线性范围、线性回归方程及相关系数见表 2。

表 2 各微量元素标准工作曲线的线性回归方程和相关系数

元素	线性范围 ρ (mg/L)	线性回归方程	相关系数
Fe	0.50 ~ 2.00	$D=0.090\ 5C+0.002\ 3$	0.999 5
Cu	0.05 ~ 0.60	$D=0.156\ 0C-0.000\ 4$	0.999 5
Mg	0.10 ~ 0.40	$D=1.054\ 7C+0.012\ 3$	0.999 8
Ca	0.20 ~ 3.00	$D=0.052\ 5C+0.002\ 5$	0.999 3
Mn	0.20 ~ 3.00	$D=0.192\ 3C+0.003\ 6$	0.999 8
Zn	0.10 ~ 0.60	$D=0.494\ 4C+0.010\ 1$	0.999 8
Ni	0.01 ~ 0.08	$D=0.078\ 8C-0.001\ 4$	0.999 2
Cr	0.01 ~ 0.08	$D=0.038\ 4C-0.000\ 5$	0.999 9
Pb	0.01 ~ 0.08	$D=0.018\ 8C+0.002\ 3$	0.999 2

2.2 精密度试验

分别用一定浓度的标准 Fe、Cu、Mg、Ca、Mn、Zn、Ni、Cr、Pb

溶液作 6 次平行测试,其相对标准差(RSD)分别为 1.5%、2.1%、1.3%、2.0%、1.8%、2.5%、2.6%、1.2%、2.3%,仪器精密度良好(表 3)。

2.3 重复性试验

精确称取枇杷叶生品粉末 6 份,各约 1.000 0 g,进行 Fe、Cu、Mg、Ca、Mn、Zn、Ni、Cr、Pb 测定,测得含量平均值分别为 659.843、8.125、2 059.734、3 655.431、236.037、56.251、1.895、2.032、23.146 $\mu\text{g/g}$,RSD 分别为 2.83%、3.52%、2.33%、1.97%、1.79%、2.56%、3.11%、4.08%、2.58%,仪器测定重复性良好(表 3)。

2.4 加样回收试验

精确称取 6 份枇杷叶生品粉末,在粉末中分别加入一定量的各元素标准溶液,消解后测定各元素含量。由表 3 可见,被测元素加样回收率在 94.5% ~ 106.0% 之间,用该法测定枇杷叶中微量元素含量准确度良好,测定结果可靠(表 3)。

表 3 各微量元素加样回收试验结果($n=6$)

元素	样品含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后平均含 量(mg/L)	平均回收 率(%)	RSD (%)
Fe	0.657 3	1.000 0	1.622 4	96.5	2.5
Cu	0.081 4	0.100 0	0.185 1	103.7	2.3
Mg	0.103 0	0.100 0	0.207 1	104.1	3.1
Ca	0.731 0	1.000 0	1.753 1	102.2	2.7
Mn	0.471 2	0.500 0	0.964 6	98.7	2.1
Zn	0.112 4	0.100 0	0.210 8	98.4	1.8
Ni	0.019 0	0.020 0	0.037 9	94.5	3.5
Cr	0.010 2	0.010 0	0.020 8	106.0	3.2
Pb	0.023 2	0.020 0	0.042 3	95.5	2.9

2.5 枇杷叶及其蜜炙品中微量元素的含量

对枇杷叶及其蜜炙品中 9 种金属元素含量进行测定,结果见表 4,枇杷叶经蜜炙后除 Ca 和 Mn 有所增加外,其余元素含量均降低,其中 Pb 含量大幅下降,Cr 经蜜炙后无法检出。

表 4 枇杷叶及其蜜炙品中微量元素的含量

样品	微量元素的含量($\mu\text{g/g}$)								
	Fe	Cu	Mg	Ca	Mn	Zn	Ni	Cr	Pb
生枇杷叶	657.736	8.153	2 061.324	3 650.266	235.276	56.096	1.907	2.004	23.310
蜜炙枇杷叶	398.670	6.984	1 932.381	3 750.128	253.928	44.519	1.272	—	10.627

3 小结

枇杷叶及其蜜炙品中含有较丰富的铁、镁、钙和锰,同时还含有铜、锌、镍和铬等人体必需的微量元素,这些元素对人体的细胞代谢、生物合成及生理功能起着重要作用,有极其重要的生理和病理意义^[6]。枇杷叶经蜜炙后,元素的含量均有改变,除 Ca、Mn 含量有所增加外,其余元素均有不同程度的下降,其中 Pb 的含量下降明显,说明枇杷叶蜜炙后可能在一定程度上降低了某些有毒重金属的含量。重金属超标是影响中药材质量的一个重要因素,一定的炮制方法能否有效地降低中药材重金属的含量,还有待以后进行更深入的研究,本试验测定结果为枇杷叶的炮制、功效,以及将枇杷叶作为天然药物资源合理开发利用提供了科学依据和资料。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:190-191.
[2] 陈 剑,李维林,吴菊兰,等. 枇杷叶的化学成分[J]. 植物资源与环境学报,2006,15(04):67-68.
[3] 鲁湘鄂,刘艳清. 枇杷叶饮片炮制前后挥发油的 GC-MS 分析[J]. 中药材,2008,31(11):1625-1626.
[4] 周 宁,颜 红. 枇杷叶不同炮制品中熊果酸含量的测定[J]. 广东药学,2005,15(03):3-4.
[5] 张辰露,李崇勇. 中药娑罗子中微量元素的光谱分析[J]. 时珍国医国药,2010,21(05):1171-1172.
[6] 莫梅英,徐美英. ¹²⁵I 内照射的小鼠血清中 5 种微量元素水平的变化[J]. 广东微量元素科学,2007,14(2):10-12.