

新疆产西红花的质量评价

兰 卫^{1,3}, 陶 宁²

1. 新疆医科大学中医学院, 新疆 乌鲁木齐 830011

2. 新疆医科大学公共卫生学院, 新疆 乌鲁木齐 830011

3. 新疆名医名方与特色方剂学自治区重点实验室, 新疆 乌鲁木齐 830011

摘要: 目的 对产自新疆的西红花 *Crocus sativus* L. 质量进行评价。方法 采用《中国药典》2010年版中西红花浸出物、吸光度、总苷量、重金属、农药残留的检测方法, 对新疆产的西红花中的各指标进行检测。色谱柱 C₁₈ 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水 (45:55); 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 440 nm; 进样量 10 μL; 柱温为室温。结果 浸出物质量分数为 67.8%, 吸光度 (A) 值为 0.78, 含西红花苷-I 为 8.02%, 含西红花苷-II 为 5.59%, 砷、铅、汞、镉、六氯环己烷、双对氯苯基三氯乙烷 (DDT) 分别为 0.480、0.762、0.028、0.163、0.013、0.027 mg/kg。结论 新疆产的西红花各项指标均符合《中国药典》中西红花的质量标准和药用植物及制剂进出口绿色行业标准的规定, 西红花在新疆的无公害种植获得成功。

关键词: 西红花; 质量检验; 重金属; 农药残留; 西红花总苷

中图分类号: R286.06 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)02-380-03

Quality evaluation of *Crocus sativus* from Xinjiang

LAN Wei^{1,3}, TAO Ning²

1. College of Traditional Chinese Medicine, Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China

2. College of Public Health, Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China

3. Xinjiang Key Laboratory of Famous Prescription and Science of Formulas, Urumqi 830011, China

Key words: *Crocus sativus* L.; quality inspection; heavy metals; pesticide residue; saffron glycosides

西红花 *Crocus sativus* L. 为名贵中药, 素有“植物黄金”的美称^[1-3]。始载于唐代西域高昌回鹘王朝时期的《回鹘医学文献》, 而后在元代维吾尔古医籍和忽思慧《饮膳正要》中有大量阐述, 明朝李时珍《本草纲目》载: “番红花出西域, 主治心血郁积、气闷不散、活血化淤, 久服令人心喜。”有养血、通经活血、生新化淤、提高免疫功能等功效, 是治疗心、脑血管及妇科疾病的良药。

本研究按照《中国药典》2010年版的方法, 对西红花浸出物、吸光度、总苷量、重金属、农药残留等指标进行检测, 以期确定产自新疆的西红花是否符合《中国药典》规定的质量标准以及西红花在新疆引种是否获得成功。

1 材料与仪器

西红花苷-I 及西红花苷-II 对照品 (质量分数为 98%), 六氯环己烷、双对氯苯基三氯乙烷 (DDT)

对照品均由上海华宇药业有限公司提供, 质量分数大于 98%; 硝酸、高氯酸 (优级纯); 自制重蒸水; 其他试剂均为分析纯。

西红花 *Crocus sativus* L. 由新疆靖远生物科技有限公司提供, 为新疆产西红花, 批号分别为 20091005、20091010、20091015, 经新疆医科大学中医学院中药资源教研室李永和主任中药师鉴定。

全自动 LC-20AV (日本岛津公司)、SPD-M20A 检测器; Ver5.33 色谱工作站 (日本岛津公司); TAS-990 原子吸收分光光度计; GW-1Y 自动控温冷却循环水装置; 弹性石英毛细管柱 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm), BP211D 精密天平 (德国 Sartorius 公司)。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别^[4]

取西红花粉末 (批号 20091010) 20 mg, 加甲

收稿日期: 2011-07-18

基金项目: 国家星火计划项目 (2008GA890026); 自治区星火计划项目 (200851217); 新疆名医名方与特色方剂学重点实验室开放课题

作者简介: 兰 卫 (1969—), 男, 副教授, 研究方向为中药种植和新药开发研究。E-mail: lanwei516@sina.com

醇 1 mL, 超声 10 min, 放置至澄清, 取上清液作为供试品溶液。另取西红花对照药材(批号 20091108) 20 mg, 同法制成对照药材溶液。吸取上述 2 种溶液各 3~5 μL , 分别在同一硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-甲醇-水 (100:16.5:13.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 分别置日光下及紫外光灯 (365 nm) 下检视。产自新疆西红花与对照药材的斑点特征一致, 见图 1。

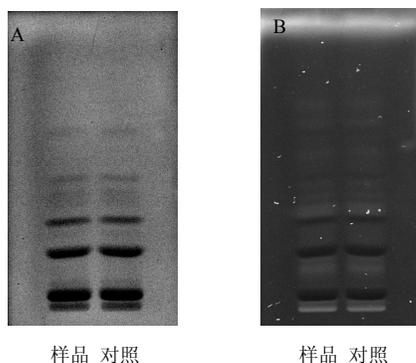


图 1 日光 (A) 和紫外光灯 (B) 下西红花的薄层色谱图
Fig. 1 TLC chromatograms of *C. sativus* in sunlight (A) and UV light (B)

2.2 吸光度的测定^[4]

按照《中国药典》2010 年版紫外-可见分光光度法 (附录 V A), 在 432 nm 的波长处测定吸光度 (A), 检测得西红花供试品 A 值为 0.78, 符合《中国药典》规定的标准。

2.3 西红花苷-I 及西红花苷-II 的测定^[4]

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取西红花苷-I 及西红花苷-II 对照品适量, 分别加稀乙醇制成 31.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 12.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的对照品溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备 取西红花粉末(过 3 号筛) 10.28 mg, 精密称定, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加稀乙醇适量, 置冰水浴中超声处理 20 min, 放置至室温, 加稀乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.3 色谱条件 色谱柱 C_{18} 柱 (250 mm \times 4.6 mm,

5 μm); 流动相为甲醇-水 (45:55); 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 440 nm; 进样量 10 μL ; 柱温为室温。

2.3.4 线性关系考察 参考《中国药典》2010 年版操作。

2.3.5 精密度试验 分别精密吸取西红花苷-I 对照品溶液和西红花苷-II 对照品溶液, 连续测定 6 次, 每次进样 10 μL , 测得西红花苷-I 峰面积的 RSD 为 1.021%、西红花苷-II 峰面积的 RSD 为 1.015%, 结果表明仪器精密度良好。

2.3.6 稳定性试验 分别精密吸取西红花苷-I 和西红花苷-II 的同一供试品溶液 (批号为 20091010), 于 4、8、12、16、20、24 h 进样, 按上述色谱条件测得西红花苷-I 峰面积的 RSD 为 1.235%, 西红花苷-II 峰面积的 RSD 为 1.179%。

2.3.7 重现性试验 平行制备 5 份供试品溶液 (批号为 20091010), 按上述色谱条件测定得西红花苷-I 质量分数的 RSD 为 0.4636%, 西红花苷-II 质量分数的 RSD 为 0.3874%。

2.3.8 加样回收率试验 精密称取已测定的供试品 (批号 20091010) 定量, 加入西红花苷-I 和红花苷-II 对照品配制成供试品溶液进行测定, 分别计算回收率。西红花苷-I 的平均回收率为 99.5% ($n=5$), RSD 为 1.85%; 西红花苷-II 的平均回收率为 100.8% ($n=5$), RSD 为 2.03%。

2.3.9 样品测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL , 注入液相色谱仪, 测定, 色谱图见图 2。连续测定 3 个批次, 每个批次测定 3 次, 取平均值, 计算得西红花苷-I 为 8.02%, 西红花苷-II 为 5.59%。

2.4 西红花质量的检验^[4]

根据《中国药典》2010 年版方法检测新疆产西红花中各项指标, 得到新疆西红花的干燥失重 9.2%、总灰分 5.2%、酸不溶性灰分 1.0%、吸光度 0.78、浸出物 67.8%, 各项指标均符合规定标准。

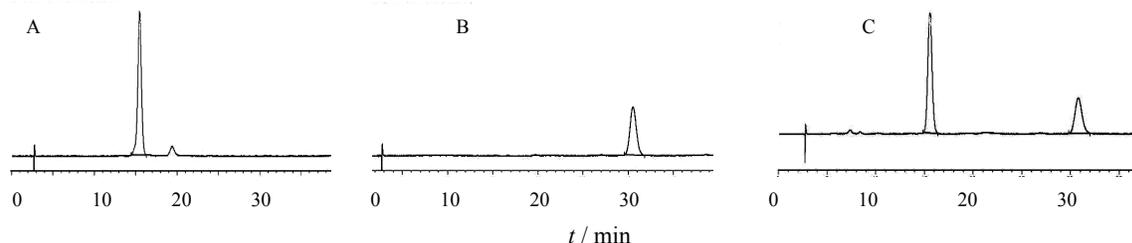


图 2 西红花苷-I (A)、西红花苷-II (B)、西红花样品 (C) 的色谱图
Fig. 2 Chromatograms of crocin-I (A), crocin-II (B), and saffron samples (C)

2.5 西红花重金属、农药残留的检测^[4-5]

根据《中国药典》2010 年版方法测定新疆西红花中铅、镉、砷、汞和农药残留量, 得到新疆西红花中砷、铅、汞、镉单元素标准溶液, 六氯环己烷、DDT 量分别为 0.480、0.762、0.028、0.163、0.013、0.027 mg/kg。检测结果表明, 各指标均符合《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》。

3 讨论

西红花在室内生长、开花、加工过程中, 采收时间、干燥方法对西红花中总苷的量均有影响^[6]。采收时间对有效成分有较大的影响, 最佳的采收时间应该是花朵盛开、花瓣伸到半开时, 将花柱柱头的红色部分摘下, 随即加工烘干。采花必须及时, 过早或过晚都可以导致西红花总苷量的降低, 新疆产西红花是在开花第 2 天下午采摘, 第 3 天加工, 未在最佳时间采收和加工是造成新疆产西红花中总苷量较低的原因之一。

西红花苷-I 是一种见光易分解的化学物质, 特别是在水分较多时, 分解更快。因此, 干燥方法显得尤为重要。太阳直接晒干, 柱头的西红花苷-I 见光分解, 含量就很低; 而阴干由于干燥时间较长, 相对见光量也就增多, 最终导致西红花苷-I 的量也降低。所以本课题组采用上海华宇药业有限公司的

干燥方法, 在干燥时, 全部采用烘箱干燥 (50 °C, 3~4 h)。

本课题组首次采用上海华宇药业有限公司先进的种植技术在乌鲁木齐市种植西红花, 生产的西红花产品各项指标均符合《中国药典》2010 年版的标准。从西红花种球的引进、种植到最后的采收加工, 均按照国家无公害种植标准进行操作, 新疆产西红花符合《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》。其中西红花总苷量虽然高于国家标准, 但还需进一步研究, 探索出最佳生长条件和加工方法, 使新疆产西红花总苷量进一步提高, 为下一步大面积种植和推广提供科学依据。

参考文献

- [1] 唐 军, 王 青, 王 强. 基于 FTIR 的红花主成分聚类分析 [J]. 中草药, 2011, 42(6): 1213-1216.
- [2] 王玉英, 林慧萍, 李水福. 西红花的真伪优劣检定 [J]. 中草药, 2010, 41(7): 1194-1195.
- [3] 刘 立, 段金殿, 朱振华, 等. 当归-红花药物组合效应物质基础研究 [J]. 中草药, 2011, 42(5): 929-934.
- [4] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [5] 药用植物及制剂进出口绿色行业标准 [S]. 2001.
- [6] 上海华宇药业有限公司. 西红花种植方法 [P]. 中国, 200410025470.X, 2004-06-25.