

表 2 10 个主要质谱峰的质谱数据  
Table 2 MS<sup>n</sup> Data of ten major peaks

m/z	化合物	RI/%	MS <sup>n</sup> 碎片 (RI/%)
297.4	隐丹参酮 (M <sub>1</sub> )	100	279(100), 251(63), 268(10), 227(7)
295.4	丹参酮 II <sub>A</sub> (M <sub>2</sub> )	53	277(100), 249(10), 253(8), 266(8)
689.4	未知物 (M <sub>3</sub> )	48	527(100) 365(100) 203(100) *
279.4	次甲丹参酮或二氢丹参酮 I (M <sub>4</sub> )	23	261(100), 204(65.4)
527.4	未知物 (M <sub>5</sub> )	21	365(100) 203(100)
615.1	[2M <sub>1</sub> +Na] <sup>+</sup>	20	319(100) 296(100) 279(100)
613.3	[M <sub>1</sub> M <sub>1</sub> +Na] <sup>+</sup>	15	319(100) 296(100) 279(100)
611.1	[2M <sub>2</sub> +Na] <sup>+</sup>	13	317(100) 294(100) 277(100)
277.3	丹参酮 I (M <sub>6</sub> )	16	259(100), 249(61), 321(57.1), 339(10.1)
282.5	丹参新酮 (M <sub>7</sub> )	8	262(100), 267(60), 253(32)

\* “ ” 前后的数据分别代表母离子及其子离子的碎片离子

\* Data before and after “ ” represent parent ions and daughter ions, respectively

上述实验条件下连续进样 5 次, 测定各离子强度, 并计算 14 特征峰的相对标准偏差, 结果 RSD 值均小于 5%。

2.3.2 稳定性试验: 取同一份丹参对照药材提取液, 在上述实验条件下每隔 2 h 进样一次, 共 5 次, 测定离子强度, 并计算 14 特征峰的相对标准偏差, 其 RSD 值均小于 10%。

2.3.3 重现性试验: 取丹参药材平行提取液 5 份, 在上述实验条件下进样分析, 测定各样品离子强度, 并计算 14 特征峰的相对标准偏差。结果表明, 各峰 RSD (%) 值分布在 1.9~ 9.5, 平均 RSD (%) 值为 5.6。

### 3 结论

脂溶性丹参酮类物质具有相似 ESI-MS 行为, 如丹参酮 II<sub>A</sub> 和隐丹参酮, 在 ESI-MS 一级正离子全扫描时, 易捕获一个质子形成分子离子, 且都易形成一个弱二聚体加合 Na<sup>+</sup> 离子峰, 分子离子在二级质

谱中易发生脱水、脱羰基和 A 环开环裂解, 裂解规律可用于鉴别丹参脂溶性化合物。丹参脂溶性成分 ESI-ITMS 图重现性与特征性较好, 易于解析, 可用于丹参药材及复方丹参中丹参脂溶性成分的快速指纹鉴别。

### References:

- [1] Luo H W, Ji J. Identification of tanshinones with related compounds by high performance thin layer chromatography and mass spectrometric analysis [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1989, 24(5): 341-317.
- [2] Zhang Z J, Li Q, Wang W, et al. Study on fingerprints of *Radix Salviae Miltiorrhiza* and its NJECT ION by HPLC-MS [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33 (12): 1074-1076.
- [3] Zhao L M, Liang X T, Li N L. Two minor phenolic glycosides from *Salvia Cavaleriei* [J]. *J Chin Pharm Sci* (中国药学报. 英文版), 1997, 6(2): 57-64.
- [4] Ni L J, Li P, Zheng R, et al. Quantitative analysis of similarity between IR spectrum s of extracts of *Salvia miltiorrhiza* Bunge [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(2): 79-82.
- [5] Yu W J, He J, Shen J C, et al. Detemination of fat-soluble components in Danshen by high-resolution electrospray ionization time-of-flight mass spectrometry [J]. *Chem J Chin Univ* (高等学校化学学报), 2003, 24(4): 621-623.
- [6] Xu Y Z, Ma Y, Wang W J, et al. The application of ESI-MS on the saponin glycoside [J]. *J Spectrom* (质谱学报), 1999, 20(1): 20-26.
- [7] Pierluigi M, Piorgio P. Electrospray characterization of selected medicinal plant extracts [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2000, 23: 61-68.
- [8] Chen Y, Zhang L, Wang S M. Studies of electrospray mass law and the characteristic fingerprint of water-soluble compound of *Radix Salviae Miltiorrhiza* [J]. *Chin J Anal Chem* (中国分析化学杂志), 2004, 32(11): 1485.
- [9] Wu F Y, Dai D S, Wang Y M, et al. Application of high-speed countercurrent chromatography-electrospray ionization mass spectrometry in analysis of traditional Chinese herbs [J]. *Chin J Chin Univ* (高等学校化学学报), 2002, 23: 1698-1700.
- [10] Xu R S. *Natural Products Chemistry* (天然产物化学) [M]. Beijing: Science Press, 1997.

## 氮、磷、钾配合施用对福田白菊产量和品质的影响

刘大会<sup>1</sup>, 朱端卫<sup>1\*</sup>, 周文兵<sup>1</sup>, 刘伟<sup>1</sup>, 陈科力<sup>2\*</sup>

(1. 华中农业大学资源与环境学院, 湖北 武汉 430070; 2. 湖北中医学院 药理学系, 湖北 武汉 430061)

摘要: 目的 研究氮、磷、钾 3 种养分对福田白菊产量和品质的影响。方法 采用湖北省麻城市福田河镇白菊种植基地土壤进行盆栽土培试验。结果 在盆栽条件下施肥对白菊产量和品质的影响效应为氮 > 磷 > 钾; 氮、磷、钾 3 要素配合施用能促进白菊的正常生长发育, 显著提高白菊的经济学产量、生物学产量、外观品质、茶用和药用品质。

\* 收稿日期: 2005-03-25

基金项目: 湖北省重点攻关项目 (2001A A 304A)

作者简介: 刘大会 (1976- ), 男, 湖北武汉人, 华中农业大学资源与环境学院在读博士研究生, 主要从事药用植物营养生理与规范化施肥方面的研究。

\* 通讯作者 朱端卫 Tel: (027) 87287184 E-mail: zhudw@mail.hzau.edu.cn

其中,白菊中可溶性总糖和总黄酮量呈显著正相关( $r=0.8131^{**}$ ),说明平衡施肥可能通过促进白菊中的可溶性总糖的合成来增加总黄酮的合成与积累。结论 在白菊生产上要在合理施用氮肥的基础上增施磷、钾肥。

关键词:药用菊花;氮;磷;钾;产量;品质

中图分类号:R282.21

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2005)01-0125-05

## Effect of nitrogen, phosphorus, and potassium on yield and quality of *Fujian* *Chrysanthemum morifolium*

LIU Da-hui<sup>1</sup>, ZHU Duan-wei<sup>1</sup>, ZHOU Wen-bing<sup>1</sup>, LIU Wei<sup>1</sup>, CHEN Ke-li<sup>2</sup>

(1. College of Resources and Environment, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China; 2. Department of Pharmacy, Hubei College of Traditional Chinese Medicine, Wuhan 430061, China)

**Key words:** medicinal plant *Chrysanthemum morifolium* Ramat; nitrogen (N); phosphorus (P); potassium (K); yield; quality

菊花是菊科植物菊 *Chrysanthemum morifolium* Ramat 的头状花序,为我国传统中药材和保健茶饮之一。菊花中主要含挥发油、菊苷、腺嘌呤、黄酮、氨基酸、维生素和矿质元素等,具有疏风、清热、明目、解毒之功效。现代研究表明,菊花具有抗菌、抗炎、抗自由基、抗氧化以及对心血管系统方面的作用,以上生物学效应与其含有黄酮密切相关<sup>[1]</sup>。白菊(杭白菊)为药用菊花中栽培面积最大的品种,是国内外药材市场的重要药材之一,每年国内外市场需求为5 000~6 000 t,其中30%左右供出口。湖北省麻城市福田河镇为我国白菊的主产地之一,当地产的白菊又被称为福田白菊<sup>[2]</sup>,种植福田白菊是当地农业的支柱型产业。目前,对白菊的研究主要集中于成分的提取测定<sup>[3]</sup>和产地之间或市场抽取样品之间的质量比较研究<sup>[2]</sup>。在施肥对白菊产量和品质影响方面的研究还很少报道。本实验探讨了氮、磷、钾3要素对白菊花产量、外观和内在品质的影响,为福田白菊的规范化施肥打下基础。

### 1 材料与方法

1.1 试验材料:供试白菊由湖北省麻城市福田河镇菊花种植基地引种。盆栽供试土壤也取自该基地,与田间试验为同一来源土壤,其成土母质为花岗片麻岩,基本理化性状为:pH 5.29,有机质 13.6 g/kg,全氮 1.10 g/kg,碱解氮 75.0 mg/kg,速效磷 22.2 mg/kg,速效钾 82.0 mg/kg,缓效钾 585.2 mg/kg。

1.2 试验设计:盆栽试验采用米氏盆,盆内衬黑塑料袋以防止肥料流失,每盆装土 5.0 kg。试验设置不施肥(CK)、不施氮(PK 处理,也即缺氮处理)、不施磷(NK 处理,也即缺磷处理)、不施钾(NP 处理,也即缺钾处理)、平衡施肥(NPK 处理)共 5 个处理。每处理 4 个重复,每盆定植 2 株菊花扦插苗,扦插育苗时间为 2003 年 6 月 17 日,定植时间为

7 月 25 日。氮、磷、钾的肥源分别为  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、 $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  和  $\text{K}_2\text{SO}_4$ 。在参考田间试验施肥措施的基础上每盆按氮 0.3 g/kg 土,磷 0.15 g/kg 土,钾 0.3 g/kg 土施肥,各处理对应的缺素肥料不施;其中氮肥分 3 次施入,底施 0.15 g/kg 土,菊花生长中期追施 0.05 g/kg 土,开花期再追施 0.1 g/kg 土,磷和钾肥作底肥一次施入。同时,每盆分别按土施入 1 mL/kg 土阿农营养液和 0.25 g/kg  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,以补充土壤中量、微量营养元素的不足。整个试验在本学院盆栽场进行,其设有移动玻璃钢顶棚,以防雨水淋洗。

### 1.3 测定项目及方法

1.3.1 白菊生长管理和调查:在蕾期调查各处菊花的分枝数和株高;在盛花期分别从每盆中随机选取 30 朵盛开的鲜花量取其花径,然后取其平均数为每盆菊花的平均花径,同时调查每盆菊花总的花朵数;将每盆采收的菊花总的鲜花质量除以每盆菊花的总花朵数乘以 100 即为菊花的百朵鲜花质量。

1.3.2 白菊产量的测定:在 2003 年 11 月-12 月采收期分别测定各处理菊花中头水花(11 月 15 日以前采收)、二水花(11 月 15-25 日采收)、三水花(11 月 25 日以后采收)的产量。将各处理每次采收后的菊花立即称取鲜花产量,然后用蒸馏水洗净,装在洗净的塑料袋中在太阳下自然晒干,将晒干的各处理总三水菊花样装在一起放入烘箱中在 50℃ 下烘至全干,称取其总干花产量,并将各样品磨细装袋待测。同时在菊花采收完后将各处理剩余菊花茎叶和根采收洗净烘干来计算各处理生物产量。

1.3.3 白菊中粗蛋白、可溶性总糖和水溶性浸出物的测定:用开氏法测定菊花中总氮后将测定值乘以换算系数 6.25,即得到白菊粗蛋白质量分数<sup>[4]</sup>;用蒽酮比色法测定可溶性总糖<sup>[4]</sup>;按《中国药典》热浸

法测定水溶性浸出物的量<sup>[5]</sup>。

1.3.4 白菊中总黄酮测定: 分别精密称取白菊粉末 0.500 g 左右, 置 150 mL 具塞三角瓶中, 准确加 99.5% 甲醇 25 mL 浸泡过夜后, 常温下超声提取 30 min, 滤过, 滤液即为试样溶液。然后, 采用铝盐在碱性条件下同黄酮生成红色络合物, 比色法(510 nm 波长)测定黄酮量<sup>[6]</sup>。所用芦丁标准对照品购于中国药品生物制品检定所; 所用仪器分别为 KQ 3200DE 型医用数控超声波清洗器, 722 型可见分光光度计。

## 2 结果与分析

2.1 施肥对福田白菊生长及其外观品质的影响: 各处理对福田白菊生长和外观品质的影响见表 1。从表 1 可知, 基地土壤不施肥(CK), 白菊生长很差, 其株高和分枝数分别只有平衡施肥的 76.6% 和 46.4%, 花朵数只有平衡施肥的 22.3%, 花径和百朵鲜花质量分别只有平衡施肥的 81.1% 和 76.4%, 差异均达到极显著水平。不施氮肥(PK)也极大影响白菊生长, 其株高和分枝数分别只有平衡施肥的 72.8% 和 54.6%; 缺氮还极大影响花芽分化, 使花朵数减少, 只有平衡施肥的 21.2%, 同时缺氮还影响了外观品质, 使花径变小, 百朵鲜花质量下降, 分别只有平衡施肥的 83.0% 和 87.2%, 从而影响菊花的产量。基地土壤的供磷水平相对较高(见 1.1), 但不施磷肥(NK)仍显著影响白菊分枝, 其分枝数只有平衡施肥的 61.7%; 而且不施磷肥还显著影响花径和百朵鲜花质量, 其分别只有平衡施肥的 94.3% 和 90.3%。不施钾肥(NP)也显著影响白菊的株高和分枝数, 其分别只有平衡施肥的 93.0% 和 61.7%; 不施钾肥也显著影响花芽分化, 使该处理的花朵数只有平衡施肥的 90.3%; 不施钾肥对花径和百朵鲜花质量影响不大, 且由于其花朵数少, 百朵鲜花质量比平衡施肥略高, 但差异不显著。综合来看, 各处理对白菊生长和外观影响的大小顺序为: 对照 缺氮 >

表 1 氮、磷、钾配施对福田白菊生长和菊花外观品质的影响

Table 1 Effect of N, P, and K on growth and exterior quality of Futian s.c. morifolium

处理	株高 /cm	分枝数 /个	花朵数 /朵	花径大小 /cm	百朵鲜花质量/g
CK	34.1 bB	8.5 bB	72.5 cB	4.3 cB	79.7 cC
PK	32.4 bB	10.0 bB	69.0 cB	4.4 cB	91.0 bB
NK	43.3 aA	11.3 bB	319.8 aA	5.0 bA	94.2 bB
NP	41.4 aA	11.3 bB	293.0 bA	5.3 aA	105.4 aA
NPK	44.5 aA	18.3 aA	324.5 aA	5.3 aA	104.3 aA

差异显著性检验为 LSD 法, 小写字母(a, b, c)表示 5% 差异水平, 大写字母(A, B, C)表示 1% 差异水平, 下同

Using LSD method to test significance of difference, small letters (a, b, c) represent significance of difference at 5% level and capital letters (A, B, C) represent 1% level; following tables are same

### 缺钾 缺磷

2.2 施肥对福田白菊产量的影响: 各处理对福田白菊经济学产量和生物学产量影响见表 2。从表 2 可知, 基地土壤不施肥会显著降低白菊经济学产量和生物学产量, 其对应产量分别只有平衡施肥的 14.5% 和 29.4%。不施氮肥也极大显著影响白菊的上述产量, 对应产量分别只有平衡施肥的 15% 和 30%; 不施氮肥还推迟白菊开花, 使该处理基本上没有头花, 从而减少经济效益。不施磷肥则减少百朵花质量和分枝数, 从而显著影响白菊的经济学产量和生物学产量, 其对应产量分别只有平衡施肥的 87% 和 86%; 不施磷肥还推迟采收期, 使头花和二花产量减少, 三花比例偏高。不施钾肥则影响花芽分化和生长, 从而影响白菊的经济学产量和生物学产量, 对应产量分别只有平衡施肥的 87% 和 84%, 且不施钾肥减少头花产量。总之, 各处理对白菊经济产量和生物产量影响的大小顺序为: 对照 缺氮 > 缺磷 缺钾。同时进行的白菊专用肥田间试验也得到类似结果, 高氮配方专用肥处理的白菊产量比低氮处理高。

表 2 氮、磷、钾配施对福田白菊产量的影响

Table 2 Effect of N, P, and K on yield of Futian s.c. morifolium

处理	经济学产量/(g·盆 <sup>-1</sup> )					增产率/%	生物学产量	
	头花	二花	三花	总鲜花量	总干花量		干重/(g·盆 <sup>-1</sup> )	增产率/%
CK	6.3 cB	29.0 cC	21.6 cB	57.0 cC	7.9 cC	-	44.6 cC	-
PK	2.3 cB	42.6 cC	17.9 cB	62.8 cC	8.3 cC	6	45.4 cC	2
NK	42.7 abA	89.5 bB	168.9 aA	301.2 bB	47.1 bB	496	130.2 bB	192
NP	39.7 bA	120.9 aA	147.7 bA	308.3 bB	47.4 bB	500	127.8 bB	187
NPK	56.5 aA	121.5 aA	160.3 abA	338.2 aA	54.4 aA	589	151.6 aA	239

2.3 施肥对福田白菊内在品质的影响: 盆栽试验结果表明(表 3), 平衡施肥还能显著提高福田白菊内在品质。从表 3 可知, 基地土壤不施肥和不施氮肥处

理显著降低白菊粗蛋白的质量分数, 其粗蛋白分别比平衡施肥低 2.80% 和 2.86%, 其粗蛋白的总量只有平衡施肥的 10.8% 和 11.2%, 这说明氮肥对白菊

表 3 氮、磷、钾配施对福田白菊内在品质的影响

Table 3 Effect of N, P, and K on internal quality of Futian s. C. morifolium

处理	粗蛋白		可溶性总糖		水溶性浸出物		总黄酮	
	质量分数/%	总量/(mg·盆 <sup>-1</sup> )	质量分数/%	总量/(g·盆 <sup>-1</sup> )	质量分数/%	总量/(g·盆 <sup>-1</sup> )	质量分数/%	总量/(mg·盆 <sup>-1</sup> )
CK	8.02 bB	634.1 cC	27.97 cC	2.2 cC	48.95 cC	3.9 cC	7.06 bB	557.9 cC
PK	7.94 bB	659.0 cC	25.10 dD	2.1 cC	47.18 cC	3.9 cC	6.72 cC	557.6 cC
NK	10.61 aA	4 999.2 bB	28.11 cC	13.2 bB	50.17 bB	23.6 bB	6.70 cC	3153.6 bB
NP	10.77 aA	5 108.1 bB	30.59 bB	14.5 bB	50.23 bB	23.8 bB	7.04 bB	3336.8 bB
NPK	10.82 aA	5 883.0 aA	32.44 aA	17.7 aA	54.85 aA	29.9 aA	7.83 aA	4261.6 aA

粗蛋白影响很大;不施磷肥和不施钾肥处理虽然对粗蛋白影响不大,但由于该两种处理下白菊产量比平衡施肥低而显著影响粗蛋白总量,其粗蛋白总量分别比平衡施肥降低了 15.0% 和 13.2%。各处理中白菊粗蛋白总量受菊花产量影响的大小顺序为:缺氮 对照> 缺磷 缺钾。

不施氮肥处理对白菊可溶性总糖和水溶性浸出物的质量分数和总量的影响最大,其白菊可溶性总糖和水溶性浸出物的质量分数分别比平衡施肥低 7.34% 和 7.67%,总量分别比平衡施肥下降了 88.1% 和 87.0%,差异均达到极显著水平,且由于施肥不平衡,其质量分数和总量比对照还要低;其次为不施肥处理,其可溶性总糖和水溶性浸出物的量分别比平衡施肥低 4.47% 和 5.90%,总量分别比平衡施肥下降了 87.6% 和 87.0%;不施磷肥处理同平衡施肥处理相比,可溶性总糖和水溶性浸出物的量分别低 4.33% 和 4.68%,其总量分别下降了 25.4% 和 21.1%,说明缺磷也显著影响了白菊的可溶性总糖和水溶性浸出物的量和总量;不施钾肥处理也显著影响了白菊可溶性总糖和水溶性浸出物量和总量,同平衡施肥相比,其质量分数分别低 1.85% 和 4.62%,总量分别下降了 18.1% 和 20.4%。

从表 3 还可知,不施磷肥对白菊黄酮的影响最大,该处理总黄酮只有 6.70%,比平衡施肥低 1.13%,比对照处理也要低 0.36%,总黄酮的总量也比平衡施肥下降了 26.0%,说明磷肥显著影响了总黄酮的合成,这同吴家胜<sup>[7]</sup>在银杏上的研究结果一致。其次为不施氮肥处理,白菊总黄酮比平衡施肥低 1.11%,而且由于肥料不平衡,总黄酮的总量比平衡施肥下降了 86.9%,说明氮肥对总黄酮的合成影响也非常大,这也同吴家胜<sup>[8]</sup>在银杏上的研究结果是一致的。另外,不施肥处理,其总黄酮量和总量分别只有 7.06% 和 557.9 mg/盆,比平衡施肥降低了 9.8% 和 86.9%。不施钾肥处理也显著影响白菊总黄酮的量和总量,分别比平衡施肥降低 10.1% 和 21.7%。

各处理白菊中总黄酮量同粗蛋白、可溶性总糖和水溶性浸出物三者进行相关分析,发现总黄酮的量同可溶性总糖和水溶性浸出物之间存在极显著的正相关(表 4),但同粗蛋白之间相关性不大。

表 4 白菊总黄酮的量同粗蛋白、可溶性总糖和水溶性浸出物三者的量之间的关系 (n=20)

Table 4 Relationship of total flavonoids among crude protein, general soluble sugar, and hydrophilic extract in Futian s. C. morifolium (n=20)

	粗蛋白	可溶性总糖	水溶性浸出物
总黄酮	0.400 8	0.813 1**	0.801 4**

\*\* 显著性达 1%

\*\* represents significant difference up to at 1%

### 3 讨论

天然黄酮类化合物多以苷类形式存在,糖是组成各种黄酮苷的基础<sup>[9]</sup>。白菊水溶性浸出物的主要成分又为水溶性总糖,这说明糖与白菊中总黄酮的合成可能直接有关。土壤养分缺乏或不平衡可能影响白菊中可溶性糖的合成从而降低白菊中总黄酮量,平衡施肥促进白菊中可溶性糖合成而导致白菊中总黄酮量提高。

氮、磷、钾 3 种营养元素是药用植物栽培中的常用肥料,其合理施用能促进药用植物的生长和有效药用成分的合成与积累。徐凌川等<sup>[10]</sup>研究忍冬施肥时发现施用氮肥和复合肥能够促进忍冬生长,并增加其经济产量及花与叶中可溶性糖、游离氨基酸,但降低了绿原酸的量;施用磷肥能显著增加花与叶中绿原酸。苏淑欣等研究了施肥对黄芩根部黄芩苷的影响,发现人工栽培黄芩时,施用磷肥(P)和平衡施肥(NPK)可提高黄芩根部产量,并显著提高根中黄芩苷,不施磷肥(NK)显著降低根部黄芩苷。本试验中不施氮肥或不施磷肥显著降低白菊中可溶性糖和总黄酮,这说明在药用植物栽培上要进行科学合理的平衡施肥才能提高药材的产量和品质。

湖北麻城福田河白菊种植基地成土母质为花岗岩片麻岩,土壤偏砂且养分淋溶强烈,造成当地土壤供肥能力差。基地土壤对白菊生长的养分限制因子的

大小顺序为氮>磷 钾,进行氮、磷、钾 3 要素配合施用能显著提高福田白菊产量、外观品质和内在品质。因此,在福田白菊的种植生产上要在合理施用氮肥的基础上增施磷、钾肥,以提高基地菊花的产量和品质。但氮、磷、钾 3 要素在福田白菊上的合理施用量与比例以及其对白菊药用品质合成代谢影响的机制还有待进一步深入研究。

#### References

- [1] Hu C. Research on oxidation-resisting quality of flavonoids viz. study on the effect of biological antioxidation and health protection of *Chrysanthemum morifolium* [A]. Dissertation of Doctor's Degree of Wuxi University of Light Industry (无锡轻工大学博士学位论文) [D]. Wuxi: Wuxi University of Light Industry, 1994.
- [2] Li P, Chen K L, Ye C J. Study of quality on medicinal *Chrysanthemum morifolium* of Hubei Futianhe [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 2004, 27(2): 102-103.
- [3] Yang J, Jiang H Z, Xu Z H. Study on extraction techniques and variety trends of flavonoids in *Chrysanthemum morifolium* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(11): 988-999.
- [4] Bao S T. *Soil and Agricultural Chemistry Analysis* (土壤与农业化学分析) [M]. 3rd ed. Beijing: Chinese Agriculture Publishing House, 2000.
- [5] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol II. 2000.
- [6] Yu C, Yu S, Shen X H. Study on determination method of general flavones in health foods [J]. *Chin J Health Lab Tech* (中国卫生检验杂志), 2002, 12(4): 4-5.
- [7] Wu J S, Ying Y Q, Cao F L, et al. The effects of phosphorus application on leaves output and flavone content in leaves of *Ginkgo* [J]. *J North Forest Univ* (东北林业大学学报), 2003, 31(1): 17-18.
- [8] Wu J S, Ying Y Q, Cao F L, et al. Effects of nitrogen application on leaf output and flavone content in *Ginkgo* leaves [J]. *J Zhejiang Forest Coll* (浙江林学院学报), 2002, 19(4): 372-375.
- [9] Wu L J. *Natural Medication Chemistry* (天然药物化学) [M]. 4th ed. Beijing: People's Medical Publishing House, 2003.
- [10] Xu L C, Zhang Y Q, Jiang X J, et al. Effect of fertilization on the growth of Japanese Honeysuckle (*Lonicera japonica*) and its contents of chemical composition [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1997, 28(10): 620-622.

## HPLC 法同时测定两面针中 5 种生物碱

施 瑶<sup>1</sup>, 李定祥<sup>1</sup>, 李光平<sup>2</sup>, 闵知大<sup>1\*</sup>

(1. 中国药科大学天然药物化学教研室, 江苏 南京 210009; 2. 上海市饲料质量监督检测中心, 上海 201106)

芸香科花椒属 (*Zanthoxylum* L.) 植物含有多种类型生物碱, 主要为苯并菲啶类、喹啉类和异喹啉类生物碱。具有多种特殊而显著的生理作用, 主要有抑制血小板凝集、细胞毒活性、抑制 DNA 异构酶和选择性抑菌作用<sup>[1]</sup>。为了更好地研究生物碱在花椒属植物中的分布, 建立一个有效的生物碱定量的方法非常必要。

两面针 *Zanthoxylum nitidum* (Roxb.) DC. 是花椒属中我国民间常用药, 通常以氯化两面针碱的量作为其质控指标, 如《中国药典》用薄层扫描法<sup>[2]</sup>测定, 少量文献报道是用 HPLC 法<sup>[3-5]</sup>测定, 然而还未见对多种类型生物碱定量分析方法的报道。本实验以两面针为例, 用 HPLC 法同时测定性质相差较大的 5 种生物碱的量。这些生物碱是苯并菲啶类生物碱: 氯化两面针碱 (nitidine chloride, I), 去-N-甲基白屈菜红碱 (N-norchelerythrine, II); 喹啉类生物碱: 茵芋碱 (skimmianine, III); 异喹啉类生物碱: 鹅掌楸碱 (liriodenine, IV) 和木兰碱 (magnoflorine, V)。

### 1 仪器和药品

1.1 仪器: BS—211D 型电子天平 (Sartorius); Perkin—Elmer Lambda 35 型紫外可见分光光度计; Waters 2690 高效液相色谱仪; Waters 2487 双通道紫外可见光检测器。

1.2 药品: 两面针药材购自广西, 经广西中医药研究所赖茂祥教授鉴定为两面针 *Z. nitidum* (Roxb.) DC. 的根和茎。凭证标本存放于中国药科大学天然药物化学教研室。生药样品经粉碎, 过 4 号筛, 60℃ 干燥 2.0 h, 置干燥器中放冷, 备用。对照品 I、II、III、IV、V 均由本研究小组分离自两面针的根, 理化常数和波谱数据 (UV、IR、<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR、MS) 与文献数据<sup>[6-10]</sup>一致, 并经 HPLC 法测定质量分数 (> 98%)。

### 2 方法

2.1 对照品溶液的制备: 分别精密称取上述 5 种对照品 (I~V) 2.4、5.8、5.5、3.0、5.4 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加适量甲醇超声使溶解并定容至刻度,

\* 收稿日期: 2005-04-12