

引用:张雪慧,孙孝亚,吴给给,陈随清.旋覆花地上茎叶的成分分析[J].中医导报,2026,32(5):77-83,104.

旋覆花地上茎叶的成分分析*

张雪慧,孙孝亚,吴给给,陈随清

(河南中医药大学药学院,河南 郑州 450046)

[摘要] 目的:建立旋覆花地上茎叶的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱,测定1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸及无机元素含量,分析旋覆花地上茎叶成分。方法:采用Symmetry C₁₈色谱柱(250.0 mm×4.6 mm, 5.0 μm);0.1%甲酸水溶液(A)-乙腈(B)为流动相,梯度洗脱(0~10 min, 10%~15%B; 10~15 min, 15%~22%B; 15~35 min, 22%~30%B; 35~45 min, 30%~40%B; 45~50 min, 40%~50%B);流速为1.0 mL/min;柱温30℃;旋覆花地上茎叶供试品溶液进样量50 μL,头状花序供试品溶液进样量10 μL;检测波长245 nm。采用中药指纹图谱相似度评价软件进行相似度分析,并对其特征性化学成分1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸进行含量测定,同时采用电感耦合等离子体质谱法测定无机元素含量,分析地上茎叶与头状花序的成分差异。结果:建立了旋覆花地上茎叶的HPLC指纹图谱,相似度为0.984~0.996,标定共有峰27个。指认出1,5-O-二咖啡酰奎宁酸、1-O-乙酰旋覆花内酯2个共有峰,样品一致性良好。旋覆花地上茎叶共检测出23种无机元素,元素含量差异较大。结论:建立了旋覆花地上茎叶的指纹图谱,明确了旋覆花地上茎叶与头状花序的成分差异。

[关键词] 旋覆花;地上茎叶;指纹图谱;化学成分;含量测定;无机元素;质量分析

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1672-951X(2026)05-0077-07

DOI: 10.13862/j.cn43-1446/r.2026.05.012

Component Analysis of Stem and Leaf on *Inula Japonica*

ZHANG Xuehui, SUN Xiaoya, WU Geigei, CHEN Suiqing

(School of Pharmacy, He'nan University of Chinese Medicine, Zhengzhou He'nan 450046, China)

[Abstract] Objective: To establish the high-performance liquid chromatography (HPLC) fingerprint of the stems and leaves of *Inula japonica*, determine the contents of 1-O-acetylbritannilactone, 1,5-O-dicaffeoylquinic acid, and inorganic elements, and analyze the components of the aboveground stems and leaves of *Inula japonica*. Methods: A Symmetry C₁₈ column (250.0 mm×4.6 mm, 5.0 μm) was used. The mobile phase consisted of 0.1% formic acid in water (A) and acetonitrile (B) with gradient elution (0-10 min, 10%-15% B; 10-15 min, 15%-22% B; 15-35 min, 22%-30% B; 35-45 min, 30%-40% B; 45-50 min, 40%-50% B). The flow rate was 1.0 mL/min, and the column temperature was 30℃. The injection volume was 50 μL for the test solution of the aboveground stems and leaves of *Inula japonica* and 10 μL for the test solution of the capitulum, and the detection wavelength was 245 nm. The similarity evaluation software of traditional Chinese medicine fingerprint was used to analyze the similarity, and the content of its characteristic chemical components 1-O-acetylbritannilactone and 1,5-O-dicaffeoylquinic acid was determined. At the same time, the content of inorganic elements was determined by inductively coupled plasma mass spectrometry, and the composition differences between the stems and leaves and the capitulum were compared and analyzed. Results: The HPLC fingerprint of the stems and leaves of *Inula japonica* was established. The similarity was 0.984-0.996, and 27 common peaks were calibrated. Two common peaks of 1,5-O-dicaffeoylquinic acid and 1-O-acetylbritannilactone were identified by comparison of reference substances, and the sample consistency was good. The content of inorganic elements in the stems and leaves of *Inula britannica* was determined. A total of 23 inorganic elements were detected, and the content of elements was quite different. Conclusion: The fingerprint of the stems and leaves of *Inula*

*基金项目:2024年中央和省级财政林业项目储备库入库项目(豫财环资[2024]47号)

通信作者:陈随清,男,教授,研究方向为中药鉴定、资源与评价

japonica is established, and the difference between the stems and leaves of *Inula japonica* and the capitulum is clarified.

[Keywords] *Inula japonica*; aerial stems and leaves; fingerprint; chemical composition; content determination; inorganic elements; quality analysis

旋覆花为菊科植物旋覆花(*Inula japonica* Thunb.)或欧亚旋覆花(*Inula britannica* L.)的干燥头状花序,具有降气、消痰、行水、止呕的功效,主治风寒咳嗽、喘咳痰多、呕吐噎气、心下痞硬等症^[1]。旋覆花主要分布在欧洲、非洲及亚洲,在中国主产于河南、江苏、浙江等地。旋覆花含有倍半萜内酯类、黄酮类、酚酸类、萜类等化学成分^[2-3],具有抗肿瘤、抗菌、抗炎、抗氧化等药理作用^[5-9]。旋覆花具有丰富的茎叶资源。旋覆花为多年生草本,茎单生,直立,高30.0~70.0 cm,节间长2.0~4.0 cm。其基部叶常较小,在花期枯萎;中部叶长圆形,长圆状披针形或披针形,长4.0~13.0 cm,宽1.5~3.5 cm;上部叶渐狭小,线状披针形^[10]。

倍半萜内酯类成分中的1-O-乙酰旋覆花内酯是旋覆花中有活性的倍半萜内酯类成分。1-O-乙酰旋覆花内酯既是指标性成分也是有效成分,为旋覆花特征性成分,具有抗炎、抗哮喘、抗肿瘤等药理活性^[11-13];酚酸类化学成分1,5-O-二咖啡酰奎宁酸是旋覆花中含量最高的化学成分,具有抗菌、消炎等药理作用^[12,14]。因此以这两种成分作为质量控制、含量测定的标志物较为合理。无机元素是中药药效物质基础的重要组成部分。近年来无机元素已作为中药材、香料和食品的质量评估和安全性评价的指标之一,与中药的药理活性及毒副作用关系密切^[15]。

电感耦合等离子体质谱(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)法具有检出限低、质谱干扰少、多元素同时测定等优势,可用于中药材无机元素的测定^[16-18]。旋覆花含有丰富的地上茎叶资源未被利用。故本试验采用高效液相色谱(high-performance liquid chromatography, HPLC)法与ICP-MS法对旋覆花地上茎叶进行质量分析,旨在研究旋覆花地上茎叶所含有的有效成分及无机元素,以期对旋覆花地上茎叶的质量分析及开发利用提供依据并为其质量标准的建立提供参考。

1 材 料

1.1 主要仪器 SQP型电子天平(北京赛多利斯科学仪器有限公司);KQ-500DV型超声波清洗器(江苏省昆山市超声仪器有限公司);LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司);BT25S型万分之一电子天平(北京赛多利斯科学仪器有限公司);EDH-40型赶酸仪(美国CEM公司);MARS6型微波消解仪(美国CEM公司);Milli-Q Academic A 10超纯水机(美国Millipore公司);DGX-9143B型电热鼓风干燥箱(上海南荣实验室设备有限公司);iCAP Qc型电感耦合等离子体质谱仪(赛默飞世尔科技有限公司)。

1.2 试剂与药物 1-O-乙酰旋覆花内酯(纯度≥98%,批号:231012)、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸(纯度≥98%,批号:23060110)

均购自北京中科质检生物技术有限公司;色谱级甲醇(批号:F22M89202)、色谱级乙腈(批号:F24O1N209)均购自中国赛默飞世尔科技有限公司;色谱级甲酸(天津市大茂化学试剂厂,批号:20180808);超净高纯硝酸(北京化学试剂研究所,批号:190102);优级纯硝酸(烟台市双双化工有限公司,批号:20180501);锗(Ge)元素标准溶液(批号:GSB04-1728-2004)、铟(In)元素标准溶液(批号:GSB04-1731-2004)、铋(Bi)元素标准溶液(批号:GSB04-1719-2004)、汞(Hg)元素标准溶液(批号:GSB04-1742-2004)均购自国家有色金属及电子材料分析测试中心;多元素[锂(Li)、铍(Be)、钠(Na)、镁(Mg)、铝(Al)、磷(P)、钾(K)、钙(Ca)、钪(Sc)、钛(Ti)、钒(V)、铬(Cr)、锰(Mn)、铁(Fe)、钴(Co)、镍(Ni)、铜(Cu)、锌(Zn)、镓(Ga)、砷(As)、硒(Se)、镉(Cd)、锡(Sn)、锑(Sb)、铊(Tl)、铅(Pb)]质量浓度均为1 000.00 μg/L标准溶液(钢研纳克检测技术股份有限公司,批号:22071345)。

12个不同批次的旋覆花地上茎叶样品和头状花序样品,S1~S6为干燥地上茎叶,产地为河南禹州(批号:240101-1,240102-2,240103-3,240104-4,240105-5,240106-6);S7~S9为头状花序,产地为江苏(批号:230101-1,230101-2,230101-3),均购自亳州市张仲景中药饮片有限责任公司;S10-S12为头状花序,产地为河北(批号:210301CP0578-1,210301CP0578-2,210301CP0578-3),均购自安国市光明饮片加工厂。药材经河南中医药大学陈随清教授鉴定为菊科植物旋覆花(*Inula japonica* Thunb.)的干燥头状花序或地上茎叶。

2 方法与结果

2.1 旋覆花地上茎叶指纹图谱的建立及特征性成分含量测定

2.1.1 色谱条件 Symmetry C₁₈色谱柱(250.0 mm×4.6 mm, 5.0 μm);0.1%甲酸水溶液(A)-乙腈(B)为流动相,梯度洗脱(0~10 min, 10%~15%B;10~15 min, 15%~22%B;15~35 min, 22%~30%B;35~45 min, 30%~40%B;45~50 min, 40%~50%B);流速为1.0 mL/min;柱温30℃;旋覆花地上茎叶供试品溶液进样量50 μL,旋覆花头状花序供试品溶液进样量10 μL;检测波长245 nm。

2.1.2 供试品溶液的制备 取旋覆花地上茎叶样品粗粉3.0 g(过四号筛),头状花序样品粗粉1.0 g(过四号筛),精密称定,置25 mL具塞锥形瓶中,精密加入体积分数为50%的甲醇20 mL,超声处理(功率500 W,频率40 kHz)60 min,放冷,补足缺失的质量,摇匀,过滤,再0.45 μm微孔滤膜过滤,去续滤液作为供试品溶液置于4℃冰箱中冷藏保存。

2.1.3 对照品溶液的制备 分别精密称取1-O-乙酰旋覆花内酯(纯度≥98%)、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸(纯度≥98%)1.0 mg,加50%甲醇配制成质量浓度分别为1.000 mg/mL混合

对照品溶液。

2.1.4 方法学考察

2.1.4.1 线性关系考察 精密称取1-O-乙酰旋覆花内酯2.0 mg, 50%甲醇溶液为溶剂配制成质量浓度为2.000 mg/mL的对照品溶液。吸取2.000 mg/mL的1-O-乙酰旋覆花内酯对照品溶液稀释至1.000 mg/mL、0.100 mg/mL、0.050 mg/mL、0.010 mg/mL, 进样量10 μ L。精密称取1,5-O-二咖啡酰奎宁酸2.5 mg, 配制成质量浓度为2.500 mg/mL的对照品溶液。吸取2.500 mg/mL的1,5-O-二咖啡酰奎宁酸对照品溶液稀释至2.000 mg/mL、1.500 mg/mL、1.000 mg/mL、0.001 mg/mL, 进样量10 μ L。按“2.1.1”项下色谱条件测定峰面积, 以稀释后的对照品的质量浓度为横坐标, 1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的峰面积为纵坐标, 分别绘制1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的标准曲线, 计算回归方程。结果表明, 线性关系良好, 该方法可以稳定地响应目标成分的变化。(见表1)

表1 有效成分的回归方程、线性范围及相关系数

化合物	回归方程	线性范围/(mg/mL)	相关系数(<i>r</i>)
1-O-乙酰旋覆花内酯	$Y=2\ 294\ 039.960\ 6X-76.255\ 0$	0.010~2.000	0.999 8
1,5-O-二咖啡酰奎宁酸	$Y=18\ 878\ 778.829\ 5X+307\ 875.483\ 0$	0.001~2.500	0.999 5

2.1.4.2 精密度试验 取S7按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件测定峰面积, 连续测定6次, 以1,5-O-二咖啡酰奎宁酸为参照峰。结果表明保留时间和峰面积基本一致, 保留时间与峰面积的RSD值分别为0.13%、0.37%, 符合指纹图谱与含量测定的检测要求, 表明仪器精密度良好。

2.1.4.3 稳定性试验 取S7按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 于提取后0、2、4、8、12、24 h按“2.1.1”项下色谱条件测定, 以1,5-O-二咖啡酰奎宁酸为参照峰, 结果表明保留时间和峰面积基本一致, 保留时间与峰面积的RSD值分别为0.13%、0.37%, 符合指纹图谱与含量测定的检测要求, 表明该条件下供试品溶液在24 h内稳定。

2.1.4.4 重复性试验 取S7样品6份, 精密称重1.0 g, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件测定峰面积积分值, 以1,5-O-二咖啡酰奎宁酸为参照峰, 1,5-

O-二咖啡酰奎宁酸的平均含量为15.03 mg/g, 保留时间和峰面积基本一致, 保留时间、峰面积与有效成分含量的RSD值分别为0.14%、2.88%、2.94%, 符合指纹图谱与含量测定的检测要求, 表明方法重复性良好。

2.1.4.5 加样回收率试验 分别取6份已测定2种成分含量的S7, 精密称定, 每份0.5 g。每份分别按照1:1的质量比例精密加入适量1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件测定峰面积, 结果表明: 1-O-乙酰旋覆花内酯的平均加样回收率为98.78%, 加样回收率的RSD值为1.23%; 1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的平均加样回收率为99.72%, 加样回收率的RSD值为0.25%。

2.1.5 指纹图谱的建立及共有峰的标定 分别取旋覆花地上茎叶和头状花序样品, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件测定峰面积值, 记录色谱图。将得到的所有指纹图谱依次导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012年版), 旋覆花地上茎叶指纹图谱设定S5为参照图谱, 旋覆花头状花序指纹图谱设定S12为参照图谱, 采用平均数法, 时间窗宽度为0.1, 进行多点校正和色谱峰匹配, 分别计算相似度, 确定共有峰, 得到旋覆花地上茎叶指纹图谱叠加图及旋覆花头状花序指纹图谱叠加图(见图1~2), 并生成旋覆花地上茎叶共有模式特征图谱及旋覆花头状花序共有模式特征图谱(见图3~4)。

通过与对照品对照, 旋覆花地上茎叶指纹图谱和头状花序指纹图谱中有2个色谱峰, 分别为1,5-O-二咖啡酰奎宁酸、1-O-乙酰旋覆花内酯(见图5); 其中在旋覆花地上茎叶指纹图谱中1,5-O-二咖啡酰奎宁酸为14号峰, 1-O-乙酰旋覆花内酯为23号峰; 在旋覆花头状花序指纹图谱中1,5-O-二咖啡酰奎宁酸为15号峰, 1-O-乙酰旋覆花内酯为24号峰。采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012年版)软件计算指纹图谱相似度, 旋覆花地上茎叶指纹图谱的相似度为0.984~0.996, 旋覆花头状花序指纹图谱的相似度为0.978~0.992。同时旋覆花地上茎叶指纹图谱确定了27个共有峰, 27个共有峰占总峰面积的90.13%以上; 旋覆花头状花序指纹图谱确定了28个共有峰, 28个共有峰占总峰面积的91.02%以上。

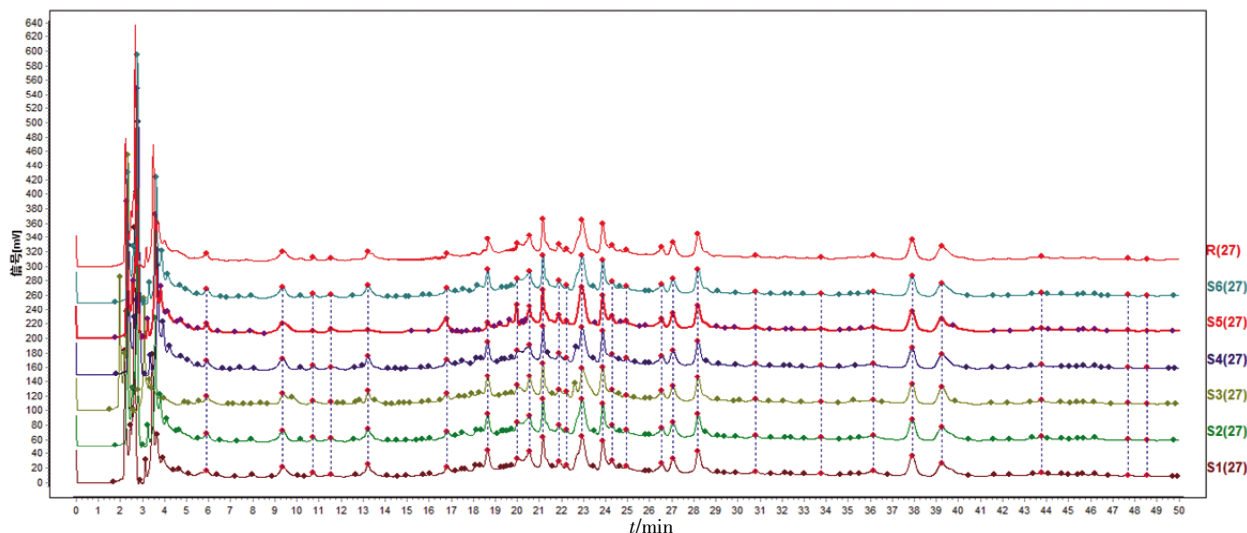


图1 旋覆花地上茎叶指纹图谱叠加图

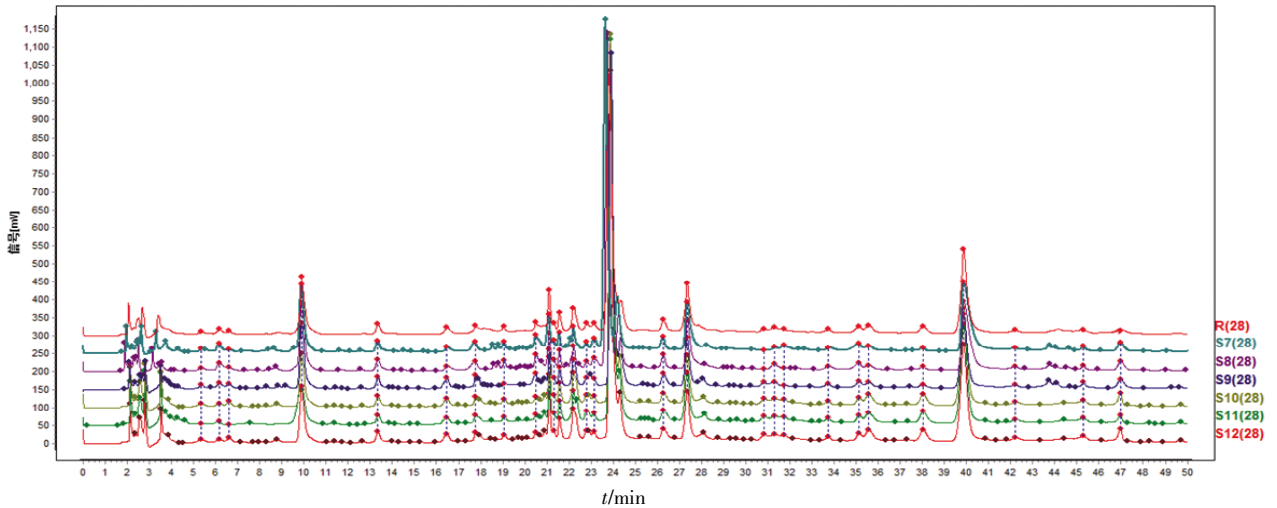


图2 旋覆花头状花序指纹图谱叠加图

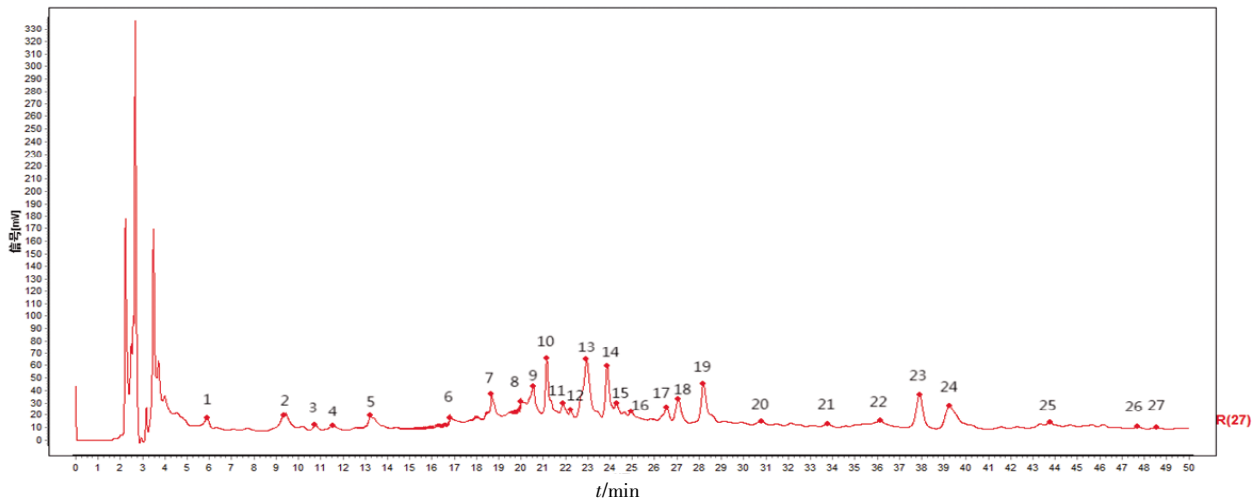


图3 旋覆花地上茎叶共有模式特征图谱

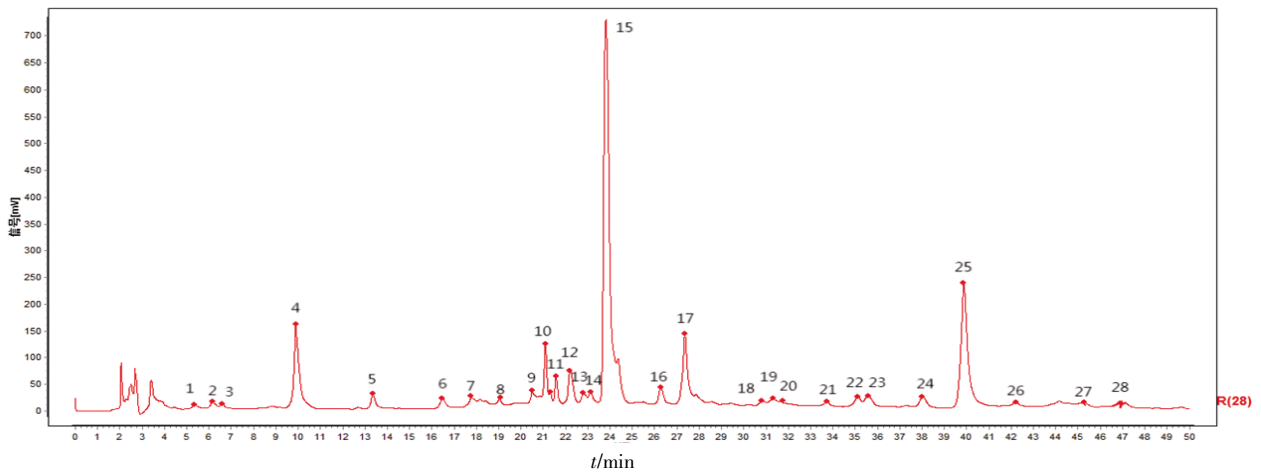


图4 旋覆花头状花序共有模式特征图谱

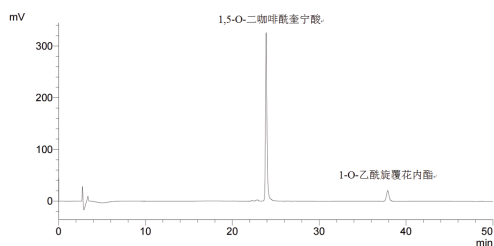


图5 指纹图谱混合对照色谱图

2.1.6 特征性成分含量测定结果 取各批次样品,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.1.1”项下色谱条件进行测定,样品高效液相色谱图及混合对照品色谱图见图6~8。记录峰面积,计算其所含1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的含量。结果见表2。旋覆花地上茎叶样品中1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的平均质量分数分别为0.523 mg/g、0.045 mg/g。

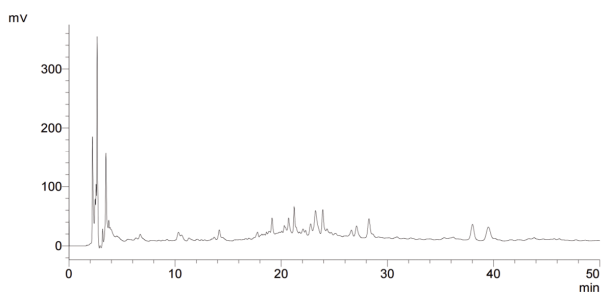


图6 旋覆花地上茎叶样品高效液相色谱图

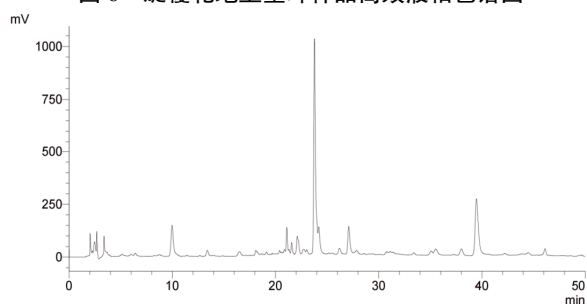


图7 旋覆花头状花序样品高效液相色谱图

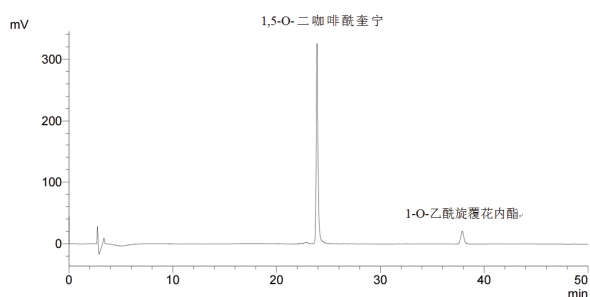


图8 含量测定混合对照色谱图

表2 有效成分含量测定结果

编号	1-O-乙酰旋覆花内酯/(mg/g)	1,5-O-二咖啡酰奎宁酸/(mg/g)
S1	0.525	0.041
S2	0.519	0.044
S3	0.528	0.051
S4	0.524	0.041
S5	0.521	0.047
S6	0.522	0.046
S7	3.721	14.719
S8	3.665	14.894
S9	3.531	14.747
S10	9.802	17.048
S11	8.769	15.414
S12	9.735	16.386

2.1.7 旋覆花地上茎叶特征性化学成分含量测定结果分析 在梯度洗脱时,与对照品1,5-O-二咖啡酰奎宁酸指认的色谱峰有重叠峰出现。该峰为3,5-O-二咖啡酰奎宁酸,又称异绿原酸A,为1,5-O-二咖啡酰奎宁酸的同分异构体(见图9)。同分异构体分离困难,导致出现重叠峰。

旋覆花地上茎叶与头状花序含有相同的化学成分。头状花序所含化学成分种类相对丰富,但对于特征性有效成分

1-O-乙酰旋覆花内酯和1,5-O-二咖啡酰奎宁酸,非入药部位地上茎叶也含有两种成分。旋覆花地上茎叶资源丰富,两种有效成分含量丰富,具有潜在的药用价值。这为开发利用地上茎叶,促进资源循环利用提供了方向。

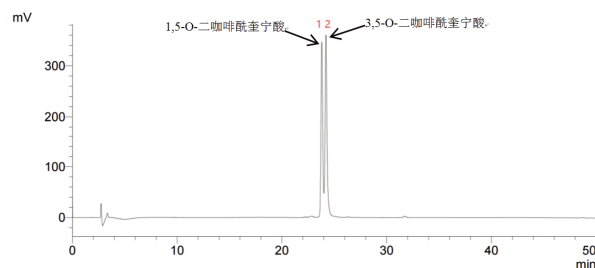


图9 混合对照色谱图

2.2 旋覆花地上茎叶无机元素含量测定

2.2.1 供试品溶液的制备 取各批次样品粉末(过二号筛)0.2 g,置于聚四氟乙烯微波消解管内。精密移取6 mL电子级硝酸,摇匀,待反应稳定后,将消解管置于赶酸仪中105℃预消解40 min。待消解管冷却至室温后,放入微波消解仪中,按照消解程序进行微波消解(见表3)。消解完成后,冷却至室温,置于105℃赶酸仪中赶酸4 h至待供试品溶液澄清且无酸味时,放冷至室温。将供试品溶液移至100 mL容量瓶中,用超纯水定容至刻度,摇匀,用0.22 μm的微孔滤膜过滤,即得供试品溶液。配制空白溶液时除不加样品之外,与供试品溶液的制备方法相同。测定Mg、P、K、Al、Fe 5种元素时稀释100倍进样。

表3 微波消解仪运行条件

步骤	功率/W	爬升时间/min	温度/℃	保持时间/min
1	1200	10	120	5
2	1200	5	150	10
3	1200	6	190	30

2.2.2 对照品溶液的制备 精密吸取质量浓度为1 000.00 μg/L的多元素(Li、Be、Na、Mg、Al、P、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、As、Se、Cd、Sn、Sb、Tl、Pb)标准溶液为母液,用5%电子级硝酸溶液将1 000.00 μg/L的混合标准溶液稀释成梯度为500.00 μg/L、100.00 μg/L、50.00 μg/L、10.00 μg/L、1.00 μg/L、0.10 μg/L的混合标准溶液。另取1 000.00 μg/mL的Hg单元素标准溶液稀释成梯度为1 000.00 μg/L、500.00 μg/L、100.00 μg/L、50.00 μg/L、10.00 μg/L、1.00 μg/L、0.10 μg/L的单元素标准溶液。

2.2.3 内标溶液的制备 精密吸取质量浓度为1 000.00 μg/mL的Ge、In、Bi单元素标准溶液50 μL于50 mL容量瓶中,加入5%电子级硝酸溶液定容至50 mL,混匀,得到浓度为1 000.00 μg/L的内标溶液,再用5%电子级硝酸溶液稀释为10.00 μg/L作为内标溶液备用。

2.2.4 ICP-MS工作条件 主要工作参数:等离子体功率1 550 W,雾化器流速1.19 L/min,雾化器温度2.7℃,辅助器流速0.8 L/min,冷却器流速14 L/min,采样深度5 mm,测量3次,扫描方式为跳峰,扫描次数为20次,采集通道为3个,数据采集模式为KED模式。

2.2.5 方法学考察

2.2.5.1 线性关系考察 取各系列标准溶液,按照“2.2.4”项下方法测定,以各元素浓度为横坐标(X),响应强度为纵坐标(Y),得到各元素的标准曲线,连续测定空白样品溶液11次,以测定值标准偏差的3倍计算其检测限,结果见表4。

表4 旋覆花地上茎叶及头状花序中23种元素的线性关系考察结果

元素	回归方程	R ²	线性范围/(μg/L)	检测限/(μg/L)
Li	Y=129.425 9X+25.000 1	0.999 3	0.1~1 000.0	0.214 8
Na	Y=1 419.689 0X+439 420.789 1	1.000 0	0.1~1 000.0	16.322 5
Ti	Y=3 211.160 6X+10 912.299 3	0.999 8	0.1~1 000.0	0.269 7
V	Y=9 538.104 8X+1 192.558 0	0.999 8	0.1~1 000.0	0.032 1
Cr	Y=13 720.885 3X+8 420.379 9	0.999 9	0.1~1 000.0	0.332 1
Mn	Y=9 118.176 8X+5 203.591 0	1.000 0	0.1~1 000.0	0.138 0
Co	Y=22 265.157 8X+1 662.613 8	0.999 7	0.1~1 000.0	0.070 6
Ni	Y=5 305.029 5X+7 935.034 5	0.999 4	0.1~1 000.0	1.210 7
Cu	Y=13 982.000 9X+7 892.509 7	0.999 4	0.1~1 000.0	1.857 7
Zn	Y=2 903.938 1X+50 843.474 4	0.999 6	0.1~1 000.0	13.694 6
Se	Y=58.325 0X+7.500 0	0.999 5	0.1~1 000.0	0.131 6
Cd	Y=4 943.430 0X+1 545.098 9	0.999 7	0.1~1 000.0	0.053 5
Pb	Y=52 538.068 8X+49 754.470 1	0.999 3	0.1~1 000.0	0.267 5
Be	Y=128.391 5X+15.000 0	0.999 5	0.1~1 000.0	0.026 8
Sc	Y=3 221.291 8X+615.016 0	0.999 8	0.1~1 000.0	0.096 7
Hg	Y=9 433.476 0X+3 290.439 2	0.999 8	0.1~1 000.0	0.495 1
As	Y=1 614.427 1X+510.010 9	0.999 8	0.1~1 000.0	0.090 9
Ga	Y=5 184.043 4X+460.009 1	1.000 0	0.1~1 000.0	0.091 6
Al	Y=383.766 1X+11 983.266 0	0.999 9	0.1~1 000.0	6.920 4
Fe	Y=484.981 9X+34 633.144 5	0.999 8	0.1~1 000.0	5.144 3
Mg	Y=1 076.840 8X+227 783.938 2	0.999 8	0.1~1 000.0	6.508 4
P	Y=23.195 2X+812.528 8	0.999 8	0.1~1 000.0	4.082 7
K	Y=1 120.600 1X+100 664.456 9	0.999 0	0.1~1 000.0	5.772 1

2.2.5.2 精密度试验 取S1样品1份,按“2.2.1”项下供试品溶液制备方法,“2.2.4”项下测定参数和测定方法进行测定,连续进样6次。各元素的RSD值均小于5%,表明仪器精密度良好。

2.2.5.3 稳定性试验 取S1样品1份,按“2.2.1”项下供试品溶液制备方法,于提取后0、2、4、8、12、24 h照“2.2.4”项下测定参数和测定方法进行测定。各元素的RSD值均小于5%,表明该条件下供试品溶液在24 h内稳定。

2.2.5.4 重复性试验 取S1样品1份,按“2.2.1”项下供试品溶液制备方法,平行制备6份,照“2.2.4”项下测定参数和测定方法进行测定。各元素的RSD值均小于5%,表明该方法重复性良好。

2.2.5.5 加样回收率试验 准确称定6份S1样品,每份约0.1 g,加入与样品中各无机元素含量相当的标准溶液,按“2.2.1”项下供试品溶液制备方法,按“2.2.4”项下测定参数和测定方法进行测定。各元素的平均加样回收率为93.82%~108.06%,RSD值均小于5%,表明该方法准确度良好。

2.2.6 无机元素含量测定结果 取各批次样品,按“2.2.1”项

下供试品溶液制备方法,按照“2.2.4”项下测定参数和测定方法进行测定,记录23种无机元素的含量。结果见表5~7。

表5 旋覆花地上茎叶及头状花序中4种大量元素的含量测定结果

编号	Na/(mg/kg)	Mg/(mg/kg)	K/(mg/kg)	P/(mg/kg)
S1	331.97	4 623.86	15 485.27	1 908.90
S2	327.87	4 567.50	15 450.08	1 946.48
S3	321.20	4 606.53	15 330.38	1 863.54
S4	329.57	4 542.55	15 607.35	2 035.46
S5	333.25	4 578.93	15 269.04	1 962.28
S6	329.53	4 659.80	15 503.54	1 911.81
S7	438.62	3 249.68	23 061.95	4 450.93
S8	439.41	3 346.08	23 445.33	4 313.46
S9	442.38	3 154.70	22 813.56	4 210.17
S10	311.69	3 389.90	26 764.60	3 697.12
S11	308.31	3 446.53	27 780.07	3 919.03
S12	302.16	3 480.59	28 542.86	3 556.79

表6 旋覆花地上茎叶及头状花序中5种重金属及有害元素的含量测定结果

编号	Cu/(mg/kg)	Cd/(mg/kg)	Pb/(mg/kg)	As/(mg/kg)	Hg/(mg/kg)
S1	6.63	0.43	2.66	1.42	-
S2	6.62	0.43	2.45	1.43	-
S3	7.00	0.42	2.41	1.36	-
S4	6.68	0.41	1.96	1.40	-
S5	6.60	0.42	2.34	1.36	-
S6	6.51	0.42	2.42	1.36	-
S7	10.60	0.13	0.36	-	-
S8	10.47	0.13	0.43	-	-
S9	10.44	0.12	0.33	-	-
S10	13.03	0.14	-	-	-
S11	13.04	0.13	-	-	-
S12	12.77	0.14	-	-	-

注:“-”表示未检测到。

2.2.7 旋覆花地上茎叶无机元素测定结果分析 旋覆花地上茎叶中,大量元素中的K元素含量最高。K是多种酶的活化剂,在代谢过程中起着重要作用,可促进光合作用和氮代谢,提高植物对氮的吸收利用。微量元素中的Fe元素含量最高。Fe是合成叶绿素必需的元素,与光合作用有密切关系。旋覆花地上茎叶所含无机元素种类丰富且含量较高。

参考2025年版《中华人民共和国药典》中规定的重金属及有害元素标准:Pb不得超过5 mg/kg,Cd不得超过1 mg/kg,As不得超过2 mg/kg,Cu不得超过20 mg/kg,Hg不得超过0.2 mg/kg。ICP-MS测定显示,6批旋覆花地上茎叶及6批旋覆花头状花序中Cd、As、Cu、Pb、Hg含量均未超过规定值。中药在栽培、加工、贮存等过程中,可能会受到不同程度有毒重金属的污染而影响其安全性。所以重金属含量是评价中药材安全性的重要指标,准确测定中药材重金属含量可为中药材质量控制和临床用药的安全性提供科学依据。

表7 旋覆花地上茎叶及头状花序中14种微量元素的含量测定结果

编号	Li/(mg/kg)	Ti/(mg/kg)	V/(mg/kg)	Cr/(mg/kg)	Mn/(mg/kg)	Co/(mg/kg)	Ni/(mg/kg)	Zn/(mg/kg)	Se/(mg/kg)	Be/(mg/kg)	Sc/(mg/kg)	Ga/(mg/kg)	Al/(mg/kg)	Fe/(mg/kg)
S1	3.36	167.16	7.17	79.73	166.92	1.18	2.05	30.87	1.12	0.09	0.72	1.12	3 547.73	3 626.96
S2	3.28	169.45	7.08	77.63	170.10	1.17	2.00	32.86	1.01	0.09	0.71	1.21	3 531.30	3 629.04
S3	3.29	168.53	7.03	81.86	178.76	1.24	2.03	31.49	1.08	0.10	0.72	1.15	3 762.58	3 719.52
S4	3.39	164.67	7.39	81.04	172.46	1.19	2.17	32.11	1.33	0.11	0.72	1.22	3 700.37	3 651.26
S5	3.39	164.59	7.04	79.15	170.28	1.19	2.09	31.77	1.02	0.12	0.71	1.19	3 830.30	3 639.89
S6	3.22	162.25	7.06	82.47	169.15	1.16	2.06	31.34	1.24	0.09	0.71	1.19	3 788.53	3 911.85
S7	0.27	39.06	0.46	6.34	60.68	0.09	0.20	20.20	0.06	-	-	-	263.26	309.02
S8	0.30	38.85	0.46	6.26	60.46	0.09	0.21	19.75	0.06	-	-	-	280.00	288.22
S9	0.26	38.60	0.45	6.22	60.03	0.08	0.19	19.46	0.07	-	-	-	268.02	286.16
S10	0.39	51.32	1.39	13.76	53.96	0.23	0.50	26.83	0.27	-	-	0.14	557.49	847.18
S11	0.39	50.99	1.37	13.67	53.99	0.23	0.51	26.69	0.23	-	-	0.14	560.12	907.97
S12	0.40	50.66	1.36	13.44	53.23	0.22	0.43	25.88	0.23	-	-	0.14	540.64	975.93

注：“-”表示未检测到。

3 讨 论

旋覆花为生物医药产业的重要品种,产业价值巨大。目前研究发现药用的旋覆花以野生资源为主,尚未见大范围的种植,年产量与产区药农的采收积极性有关^[19]。同时,值得关注的是旋覆花的应用部位主要以头状花序为主,地上部分被丢弃,资源化利用程度低。旋覆花地上部位作为旋覆花次生代谢产物产生、运输的重要器官,与头状花序的化学成分类似。鉴于此,如何提升旋覆花非药用部位产业化资源利用水平,是一个值得思考和关注的问题。

本试验考察了提取方式(超声提取法、回流提取法)、超声处理频率(20 kHz、40 kHz)、提取溶剂(30%、50%、60%、70%甲醇)、样品取样量(1.0 g、3.0 g)、色谱峰最大吸收波长[光电二极管阵列检测器(diode array detector, DAD)检测器全波长扫描]、流动相(甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.1%甲酸水溶液、乙腈-0.1%)、流速(0.8 mL/min、0.9 mL/min、1.0 mL/min)、进样量(10 μ L、50 μ L)。结果表明,建立的供试品溶液制备方法满足试验要求,提取效果最佳,杂质干扰最小;建立的指纹图谱条件符合相关技术要求,色谱峰信息全面,整体峰形良好,分离效果显著,基线相对平稳。

本研究建立了旋覆花地上茎叶指纹图谱,测定了1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸及无机元素含量,以综合分析旋覆花地上茎叶的实际价值。旋覆花地上茎叶中含有大量的1-O-乙酰旋覆花内酯、1,5-O-二咖啡酰奎宁酸及种类丰富的无机元素。旋覆花具有丰富的地上茎叶资源,进一步证明了其潜在药用价值。旋覆花地上茎叶所含无机元素远超头状花序,而无机元素对药用植物次生代谢产物合成和中药活性表达具有关键作用,与用药安全密切相关^[20-21]。

旋覆花地上茎叶具有潜在的药用价值,然而目前该部位主要被丢弃。资源化利用和产品开发关键技术仍然是一个没有突破的瓶颈,加强开发利用旋覆花地上茎叶也是中医药现代化的一种体现。本研究建立了旋覆花地上茎叶的指纹图谱,明确了旋覆花地上茎叶与头状花序的成分差异。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:二部[S].北京:中国医药科技出版社,2025.
- [2] 林丽,李欢欢,谢辉,等.基于HPLC指纹图谱结合化学计量学的旋覆花药材质量评价研究[J].中草药,2021,52(6):1751-1758.
- [3] 朱虹,唐生安,秦楠,等.旋覆花中化学成分及其活性研究[J].中国中药杂志,2014,39(1):83-88.
- [4] 吴一兵,王云志,查建蓬,等.欧亚旋覆花中三萜和甾体化合物的分离和结构鉴定[J].中草药,2006,37(5):666-668.
- [5] 张婷,杜冠华,陈若芸.旋覆花属植物中倍半萜类成分及生物活性的研究进展[J].中国药理学杂志,2010,45(24):1889-1894.
- [6] YU Z P, ZHANG J S, ZHANG Q Q, et al. Bioactive sesquiterpenoids and sesquiterpenoid glucosides from the flowers of *Inula japonica*[J]. Fitoterapia,2019,138:104292.
- [7] MOHTI H, TAVIANO M F, CACCIOLA F, et al. *Inula viscosa* (L.) Aiton leaves and flower buds: Effect of extraction solvent/technique on their antioxidant ability, antimicrobial properties and phenolic profile[J]. Nat Prod Res,2020,34(1):46-52.
- [8] 于峰,王思明,董玫,等.三种倍半萜类化合物体外抗肿瘤细胞增殖活性研究[J].天然产物研究与开发,2010,22(3):506-509.
- [9] 张馨予,王喆星,单俊杰.旋覆花属植物化学成分及生物活性的研究进展[J].国际药学研究杂志,2008,35(6):433-440,450.
- [10] 中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志:第六十九卷[M].北京:科学出版社,1990.
- [11] KIM S R, PARK M J, LEE M K, et al. Flavonoids of *Inula britannica* protect cultured cortical cells from necrotic cell death induced by glutamate[J]. Free Radic Biol Med,2002,32(7):596-604.

(下转第104页)

- 系[J],中医学科学杂志,2025,53(1):110-113.
- [3] 任蕾元,唐荣欣,李新诺,等.火龙罐在气滞血瘀型胸痹心痛伴不寐护理中的应用[J].护理研究,2024,38(11):2053-2057.
- [4] 张鸣,张文宗,孟宁宁,等.毛德西教授加味大补心汤治疗胸痹心痛验案[J].中西医结合心脑血管病杂志,2025,23(2):318-320.
- [5] 杨璐璐.黄连正胆汤加减在冠心病稳定型心绞痛(痰郁互结证)合并焦虑状态患者中的应用效果分析[J].中国社区医师,2025,41(4):75-77.
- [6] 卢海群,黄敬毅,王娟.耳穴压豆联合焦点解决模式对冠心病合并肝郁化火型焦虑患者证候积分及焦虑评分的影响[J].中国医学创新,2025,22(13):88-92.
- [7] 丁邦哈,杨敏,周珂,等.胸痹心痛患者心电图改变与中医证型的关系[J].中国中西医结合急救杂志,2008,15(1):31-33.
- [8] ADDLEMAN J S, LACKEY N S, TOBIN M A, et al. Heart rate variability applications in medical specialties: A narrative review[J]. Appl Psychophysiol Biofeedback, 2025, 50(3): 359-381.
- [9] 陈灏珠.实用心脏病学[M].5版.上海:上海科学技术出版社,2016:369-370.
- [10] 张伯礼,吴勉华,林子强.中医内科学[M].北京:中国中医药出版社,2019:164.
- [11] 张欢欢,孟祥红,梁越,等.甲状腺癌根治术患者术前压力知觉、心理韧性调查及其与家庭支持度的关系[J].中国健康心理学杂志,2024,32(6):897-903.
- [12] 刘小畅,程桂荣,李春利,等.后疫情时代居民焦虑、抑郁和失眠现状及疫情相关影响因素[J].中华疾病控制杂志,2024,28(6):709-713,735.
- [13] 邱美琪,刘传,甄军海,等.炎症性肠病患者病程与焦虑、抑郁、睡眠障碍和生活质量的相关性分析[J].医学研究杂志,2025,54(6):64-69,163.
- [14] 姜文慧,高成阁,董莹莹,等.首发抑郁患者的生活质量与临床症状的相关性研究[J].西安交通大学学报(医学版),2021,42(3):448-452.
- [15] 孔维芝,郭栋.《证治准绳》治疗胸痹心痛、心悸的用药规律[J].中西医结合心脑血管病杂志,2023,21(12):2161-2165.
- [16] 宁博,潘超,赵明君.基于不同辨证体系冠心病中医病机研究进展[J].辽宁中医药大学学报,2023,25(1):99-102.
- [17] 王晓静,赵凤宏,关东升,等.基于“气-痰-瘀”轴探讨老年痴呆中医证治思路[J].中医药导报,2023,29(6):114-116,123.
- [18] 江宗霞,周建伟,张开贵,等.桂陈宣化汤联合针刺对气虚血瘀证脑卒中患者的临床疗效[J].中成药,2023,45(4):1137-1141.
- [19] 艾纯颖,米金霞,谢燕.中药复方治疗痰瘀互结型冠心病的研究进展[J].上海中医药大学学报,2024,38(4):92-101,112.
- [20] 井天月.基于约束隐结构分析法的高血压病痰瘀互结证量化诊断研究[D].北京:中国中医科学院,2024.
- [21] 杜柏,商秀洋,胡元会,等.冠心病心力衰竭患者中医证型与心率变异性、醛固酮及心功能关系的研究[J].中西医结合心脑血管病杂志,2010,8(8):906-908.
- [22] 韩晓燕,尤杨.自主神经调节在心律失常中的作用研究进展[J].实用心电学杂志,2024,33(5):529-533,539.
- [23] 史鑫鑫,符德玉,王静,等.中西医疗治冠状动脉粥样硬化性心脏病合并焦虑和/或抑郁状态研究进展[J].西部中医药,2023,36(2):154-158.
- [24] 李洪鹏,邓鑫.浅谈慢性阻塞性肺疾病的辨证治疗研究进展[J].临床个性化医学,2025,4(3):25-31.
- [25] 杨程青,郭晓云,杨莹莹,等.双相情感障碍与广泛性焦虑障碍心率变异性的差异研究[J].精神医学杂志,2024,37(1):6-9.

(收稿日期:2025-09-02 编辑:时格格)

(上接第83页)

- [12] 牛峥,马丽萍,姚铁,等.旋覆花化学成分及药理作用研究进展[J].药物评价研究,2022,45(12):2591-2601.
- [13] 王晓杰,姜枫,张世君,等.旋覆花古今功效浅析[J].辽宁中医杂志,2023,50(11):241-245.
- [14] 林丽,李欢欢,谢辉,等.基于HPLC指纹图谱结合化学计量学的旋覆花药材质量评价研究[J].中草药,2021,52(6):1751-1758.
- [15] 余春霞,孔祥河,任广喜,等.基于电感耦合等离子体质谱法的天竺黄中的无机元素的分析[J/OL].中国中药杂志,1-10[2024-08-20].https://doi.org/10.19540/j.cnki.cjmm.20240713.103.
- [16] 孟凡恒,骆芙瑶,冯婷,等.旋覆花水提物的TLC和HPLC特征图谱及6种化学成分的含量测定[J].军事医学,2024,48(3):202-212.
- [17] 吴东,温芝琪,黄玉林,等.UHPLC指纹图谱结合化学计量学评价不同产地显脉旋覆花花序的质量[J].中药新药与临床药理,2020,31(1):85-89.
- [18] 崔岩.中药旋覆花和南山楂质量评价方法研究[D].天津:天津中医药大学,2022.
- [19] 一阳.金银花、辛夷花、葛花、旋覆花后市浅析[J].全国药材信息,2012(3):12.
- [20] 程芬,杨长花,宋艳丽,等.不同产地侧柏叶中无机元素的含量测定及评价[J].湖北农业科学,2024,63(7):158-164.
- [21] 丰日落,土比林场,额其小里,等.ICP-MS法结合化学计量学分析甘松不同药用部位无机元素的差异[J].西南大学学报(自然科学版),2024,46(11):81-99.

(收稿日期:2025-09-02 编辑:蒋凯彪)