

## 吡虫啉对金银花绿原酸含量影响的初步研究\*

□陈美艳 陈君\*\* 李昆同 于晶 贾蕴彬

(中国医学科学院 药用植物研究所 北京 100094)  
(中国协和医科大学)

张重义 (河南农业大学 郑州 450002)

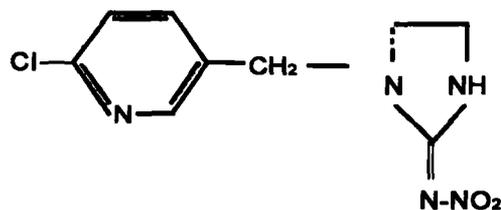
**摘要:**目的:研究内吸性化学杀虫剂吡虫啉对金银花中绿原酸含量的影响。方法:采用高效液相色谱法,色谱柱为十八烷基键合硅胶柱,流动相为乙腈-0.4%磷酸(13:87);检测波长为327nm。结果:吡虫啉对金银花中绿原酸的含量有一定的影响,施药后绿原酸含量与对照相比有所升高,而且随施用药剂浓度增加,绿原酸含量增加。结论:吡虫啉对金银花绿原酸的含量有影响,其中20%吡虫啉可溶性液剂4000倍液对金银花中的绿原酸含量有显著影响。

**关键词:**高效液相色谱法 吡虫啉 金银花 绿原酸

中药材是中药产品的源头,其质量的好坏直接关系到中药的疗效及安全性。目前我国种植的上百种中药材,病虫害防治仍以化学防治为主,但每年登记的上千种农药中没有一种农药在中药材上登记,而这些农药在中药材生产中普遍使用<sup>[1]</sup>。化学农药对中药材质量的影响及其安全性研究,目前还很少有研究报道。为此我们选择在金银花生产中常用的内吸性杀虫剂吡虫啉进行了一系列的相关研究。

金银花为忍冬科忍冬属(*Lonicera* L.)植物忍冬(*L. japonica* Thund.)的干燥花蕾,常用的大宗中药材,其第一茬花约占年产量的60%,蚜虫是该时期的主要害虫<sup>[2]</sup>,本文主要研究20%吡虫啉可溶性液剂在

防治金银花蚜虫过程中对绿原酸含量的影响。吡虫啉结构式如下:



分子式为  $C_9H_{10}ClN_5O_2$ , 分子量(Mol. wt): 255.7

### 一、材料与方法

#### 1. 田间试验

(1) 试验药剂:20%吡虫啉可溶性液剂,又名康福多(德国拜耳作物科学公司)。

收稿日期:2005-10-20

修回日期:2006-04-12

\* 国家中医药管理局项目(02-03ZP03):农药在中药材害虫防治安全性研究,负责人:陈君。

\*\* 联系人:陈君 研究员,研究方向:药用植物栽培与保护研究,Tel: 010-62899731,E-mail: junzichen@263.com。

(2) 试验地点及材料:河南封丘潘店镇,三年生金银花。

(3) 试验器具:鑫达 3WBS-16 背负式手动喷雾器(台州市路桥福达喷雾器厂)等。

(4) 防治对象:中华忍冬圆尾蚜(*Amphicercidus sinilonicericola* Zhang)、胡萝卜微管蚜(*Semiaphis heraclei* (Takahashi))。

(5) 小区设计:20%吡虫啉可溶性液剂 4000 倍(推荐剂量)、8000 倍(稀释剂量)2 个浓度及清水空白对照 3 个处理,每个处理 3 次重复,共 9 个小区,每小区 10 株,随机排列,小区间设保护行。

(6) 施药方法:田间喷雾施药,时间为 2005 年 5 月 14 日上午 9:00-10:00,对小区内金银花按设计浓度均匀喷雾。

(7) 采样:采用一次施药多次采样的方法,分别于当天(施药后 1-2 h)、1、5、7、9、11、13、15 d 后取二白期花蕾,每株按东西南北、上中下均匀采样,每小区采金银花鲜花蕾约 300g,25-75℃逐步升温法烘约 20h,干燥后粉碎备用。

## 2. 分析方法<sup>[3-4]</sup>

(1) 实验仪器:Waters600-486 高效液相色谱仪,Empower pro 色谱工作站。KQ-250E 型超声仪,电子天平(精确度 0.001g)。

(2) 色谱条件:C18 柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)资生堂提供;流动相:乙腈-0.4%磷酸 13:87;理论塔板数以绿原酸峰计算不低于 1000;检测波长:327 nm;流速:1 mL/min;进样量:5 μL;柱温:室温。在此条件下的液相色谱图,见图 1。

(3) 试剂:甲醇(分析纯);磷酸(分析纯);乙腈(色谱纯);双蒸水(自制)。

(4) 标准品:绿原酸标准品由中国药品生物制品检定所提供。

(5) 对照品溶液的制备:精密称取绿原酸对照品 1.01 mg,置 25mL 棕色量瓶中,加 50% 甲醇水溶液溶解并稀

至刻度,摇匀,即得(每 1 mL 含绿原酸 40.4 μg)。

(6) 供试品溶液的制备:精密称定过四号筛的金银花细粉 0.5 g,置 100 mL 具塞三角瓶中,精密加入 50% 甲醇水溶液 50 mL,称定重量,超声(250 W, 40 KHz)30 min,放冷,称定重量,用 50% 甲醇水溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,精密吸取续滤液 5 mL 置 25 mL 棕色量瓶中,加 50% 甲醇水溶液至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过即得。

## 二、结果与分析

### 1. 线性关系的考察

精密吸取对照品溶液(40.4 μg/mL)2, 4, 6, 8, 10, 12 μL 分别注入液相色谱仪,每个体积进 3 针,记录峰面积,结果见图 2。

线性回归方程为:Y = 116055.9X + 54298.3,相关系数 r = 0.9999;结果表明,绿原酸在 0.0808 μg ~ 0.4848 μg 范围内线性关系良好。

### 2. 精密度试验

精密吸取对照品溶液(40.4 μg/mL)5 μL,连续进样 6 次,测定绿原酸峰面积,RSD = 1.1%,表明仪器的精密度良好。

### 3. 稳定性试验

将样品供试液置棕色量瓶中,室温下避光保存,每 2 h 测定一次含量,10h 内的测定结果 RSD = 1.21%,表明 10 h 内样品中绿原酸稳定。

### 4. 加样回收率试验

采用加样回收法,称取已知含量的供试品 0.5 g,

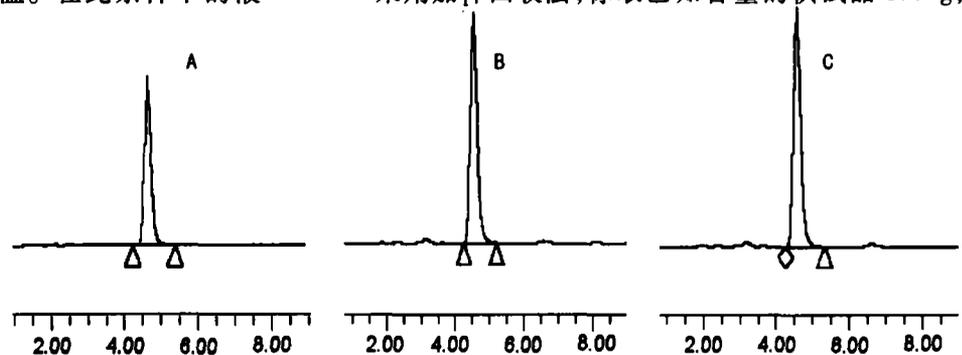


图 1 液相色谱图

(A):绿原酸标准品;(B):金银花对照样品;(C):施药样品

精密称定、加入绿原酸对照品适量,按“供试品溶液制备”项下处理并测定,测得平均回收率为 99.37%, RSD = 1.42% (n = 6), 见表 1。

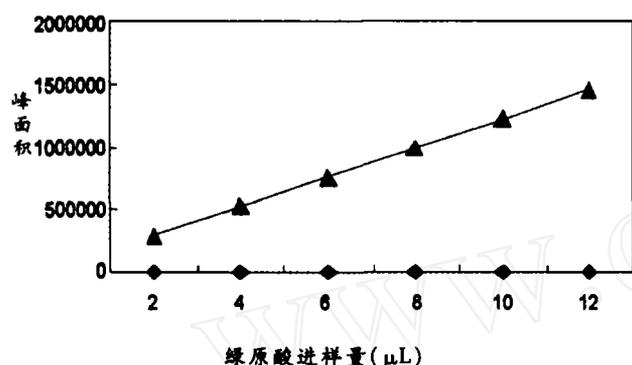


图 2 标准曲线峰面积测定结果

表 1 金银花加样回收率测定结果 (n = 6)

样品中绿原酸含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	平均值	RSD (%)
14.62	3	17.59	98.94		
14.58	3	17.49	97.00		
15.22	3	18.21	99.67	99.37	1.42
16.51	3	19.50	99.52		
15.85	3	18.84	99.77		
16.48	3	19.52	101.33		

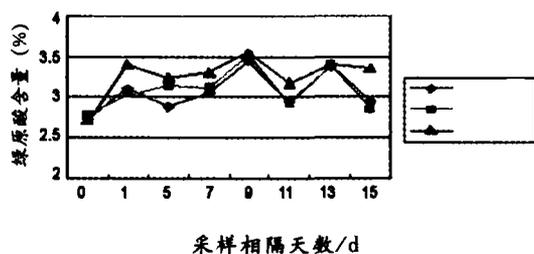


图 3 不同浓度吡虫啉对金银花中绿原酸含量的影响

### 5. 样品测定结果

对 3 个处理的金银花共 72 个样品进行测定, 结果见图 3。

对喷施吡虫啉的样品与对照样品进行比较, 结果为: 喷施 8000 倍药剂的样品与对照相比增加 1.06%,  $P > 0.05$ , 无显著性差异; 喷施 4000 倍药剂的样品与对照相比增加 6.73%,  $P < 0.05$ , 有显著性差异。

### 三、讨论

试验结果表明, 吡虫啉对金银花中绿原酸的含量有一定的影响, 施药后含量有所升高, 而且浓度越高, 影响越明显。通常认为, 绿原酸是植物保护素之一, 具有较好的抗菌作用, 金银花植株在受到外物侵害后, 绿原酸含量有所提高, 这是其抗御伤害进行自我保护的机制之一。内吸性杀虫剂吡虫啉喷施到金银花上以后, 可能对植株产生一定刺激, 而使其次生代谢发生一些改变, 使绿原酸含量升高, 但其具体机理还需进一步研究。

由图 3 可知, 施药样品的绿原酸含量并不是一直都高于对照, 有时与对照样品含量相当, 甚至在喷施低浓度吡虫啉的样品中, 还出现了含量比对照低的情况。这可能与采样的均匀性有关, 而且绿原酸含量随时间也有一定的波动性, 但总体趋势是明显的。

农药对药材成分影响的研究比较复杂, 本试验测定的绿原酸只是药典明确规定的金银花的一种指标成分, 木犀草苷也是药典规定的指标成分之一<sup>[1]</sup>, 吡虫啉对其含量是否有影响, 我们正做此方面的研究, 以及对其他成分的影响也有待进一步研究。

现阶段农药在中药材生产上应用十分普遍, 但对药材次生代谢影响的研究报道很少, 沈一行等研究了内吸性杀菌剂敌克松对毛花曼陀罗 (*Datura innoxia* Mill) 及曼陀罗 (*D. metal* L) 生物碱含量的影响, 发现喷施敌克松后曼陀罗花和叶中的莨菪碱含量显著下降, 同时发现花中的生物碱含量变化是可逆的, 而叶中的是不可逆的<sup>[5]</sup>; 刘铁城等研究了 7 种杀菌剂对西洋参 (*Panax quinquefolium*) 根腐病 (*Fusarium solani*) 的防治效果, 发现用不同药剂处理土壤西洋参根中总皂苷含量不同<sup>[6]</sup>。所以, 农药对药材成分影响的研究还有大量工作要做。

## 参考文献

- 1 陈君,程惠珍,陈士林. 中药材生产中的农药安全问题. 食品药品发展与监督, 2005, (2): 33~34.
- 2 王广军,杨建丽,高国华. 金银花病虫害综合防治技术. 河南农业科学, 2003, (9): 69~70.
- 3 国家药典委员会. 中国药典 2005 版(一部). 北京: 化学工业出版社,

2005, 152~153.

- 4 段莲华,冯速捷,韩春霞. 高效液相色谱法测定金银花中绿原酸的含量. 黑龙江医药, 2001, 14(6): 421~423.
- 5 沈一行,朱玉香,宋洪涛. 等. 敌克松对两种曼陀罗生物碱含量的影响. 中药材, 1993, 16(3): 7~9.
- 6 刘铁成,刘惠卿,王丽华. 等. 西洋参根部腐烂病药剂防治研究. 中药材, 1987, (2): 1~4.

## Effects of Imidacloprid on Chlorogenic Acid Concentration in Flos Ionicerae

Chen Meiyang, Chen Jun, Li Kuntong, Yu Jing, Jia Yunbin

(Institute of Medicinal Plant Development, Peking Union Medicinal College, Beijing 100094, China)

Zhang Zhongyi

(Henan Agricultural University, Zhengzhou 450002)

**Objective:** determining the possible effects on the concentration of chlorogenic acid in Flos Ionicerae, after the application of imidacloprid (20% SL). **Methods:** Chlorogenic acid is separated using Spherisorb C18 column, and Acetonitrile (0.4% phosphoric acid at 13:87), with a measured wavelength at 327nm. **Results:** Imidacloprid is of a seen effect on the concentration of chlorogenic acid, which is raised after the application of imidacloprid. **Conclusion:** Imidacloprid has an effect on the concentration of chlorogenic acid. An Imidacloprid of 20% SL with a 4000-time dilution produces noticeable effects on the concentration of chlorogenic acid in Flos Ionicerae.

**Keywords:** HPLC; Imidacloprid; Flos Ionicerae; Chlorogenic acid

(责任编辑:林木, 责任编辑:杜力军, 责任译审:邹春申)

## 2007年《科技咨询导报》杂志征订启事

《科技咨询导报》杂志是经科技部和新闻出版总署批准的国家级期刊并在北京市新闻出版局网站公布。是《中国核心期刊(遴选)数据库》收录期刊,《中国学术期刊》、《万方数据数字化期刊群》、《中文科技期刊数据库》收录期刊。主管单位:中国航天科技集团,主办单位:中国宇航出版社。国内统一刊号:CN11-5217/N;国际标准刊号:ISSN1673-0534。国际大16开本精美印刷。

办刊宗旨:坚持以传播科技理念、报道科技前沿、倡导科技创新、促进科技进步为办刊宗旨。

刊登内容:主要刊登我国当前科技及与科技发展有关的经济、教育、管理等方面具有一定学术和应用价值的学术文献和反映各学科、各领域的新成果、新工艺、新产品等方面的论述文章。E-mail: kjzx20061016@126.com

电话:010-87384636 60896510 传真:010-87384636

编辑部地址:北京市朝阳区农光南里1号龙辉大厦1306室

邮编:100021

(文摘)