

## [饮片炮制]

# 5种干燥方法对益母草质量的影响

王梦溪<sup>1</sup>，吴启南<sup>1,2\*</sup>，何溶溶<sup>1</sup>，李旭冉<sup>1</sup>，戴仕林<sup>1</sup>

(1. 南京中医药大学药学院，江苏南京 210023；2. 江苏省中药资源产业化过程协同创新中心，中药资源产业化与方剂创新药物国家地方联合工程研究中心，江苏南京 210023)

**摘要：**目的 考察5种干燥方法对益母草 *Leonurus japonicus* Houtt. 质量的影响。方法 以生物碱（水苏碱、益母草碱）和黄酮（芦丁、槲皮素、芹菜素、芫花素）含有量为评价指标，分别对晒干、阴干、热风干燥、红外干燥、微波干燥后益母草的质量进行评价，再通过TOPSIS法进行分析。结果 热风干燥后，各成分保留最好；微波干燥后，各成分流失最多。与切段干燥相比，整株干燥可保留更多成分。干燥温度越高，各成分流失越少。结论 整株热风70℃干燥是益母草最适宜的干燥方法。

**关键词：**益母草；干燥方法；生物碱；黄酮；TOPSIS法

中图分类号：R284.1

文献标志码：A

文章编号：1001-1528(2017)05-1006-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2017.05.026

## Effects of five drying methods on the quality of *Leonurus japonicas*

WANG Meng-xi<sup>1</sup>，WU Qi-nan<sup>1,2\*</sup>，HE Rong-rong<sup>1</sup>，LI Xu-ran<sup>1</sup>，DAI Shi-lin<sup>1</sup>

(1. College of Pharmacy, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China; 2. Jiangsu Provincial Collaborative Innovation Center of Chinese Medicinal Resources Industrialization, National and Local Joint Engineering Research Center for Industrialization of Traditional Chinese Medicine Resources and Innovative Drug Prescriptions, Nanjing 210023, China)

**ABSTRACT: AIM** To investigate the effects of five drying methods on the quality of *Leonurus japonicus* Houtt.

**METHODS** With the contents of alkaloids (stachydrine, leonurine) and flavonoids (rutin, quercetin, apigenin, genkwanin) as evaluation indices, the quality of *L. japonicus* after sun drying, shade drying, hot-air drying, infrared drying and microwave drying was evaluated, respectively. Then the analysis was performed by TOPSIS method.

**RESULTS** After hot-air drying, the retentions of various constituents were the best. After microwave drying, the losses of various constituents were the most. Compared with dissection drying, whole plant drying could hold more constituents. The higher drying temperature was, the less various constituents lost. **CONCLUSION** Whole plant hot-air drying at 70℃ is the most suitable method for drying *L. japonicus*.

**KEY WORDS:** *Leonurus japonicas* Houtt. ; drying methods; alkaloids; flavonoids; TOPSIS method

益母草为唇形科植物益母草 *Leonurus japonicus* Houtt. 的新鲜或干燥地上部分<sup>[1]</sup>，始载于《神农本草经》，列为上品，历代本草均有记载，素有“血家圣药”、“经产良药”之称<sup>[2]</sup>，具有活血化瘀、利尿消肿、清热解毒的功效。生物碱、黄酮、二萜等成为其主要药效物质，如益母草碱能明显

加强子宫收缩力<sup>[3]</sup>，对抗急性心肌缺血损伤<sup>[4]</sup>；水苏碱可抗 Ang II 诱导心肌细胞肥大<sup>[5]</sup>。李素云等<sup>[6]</sup>发现，益母草中生物碱和黄酮联合用药时对大鼠心肌的保护作用强于单独用药，表明其抗心肌缺血活性可能是多种有效成分的协同作用；文献[7-8]报道，新鲜益母草对大鼠子宫的收缩作用比

收稿日期：2016-12-26

基金项目：中医药行业科研专项（2015468002-3）；江苏高校优势学科建设工程资助项目（ysxk-2010）；江苏省中药资源产业化过程协同创新中心（2011）。

作者简介：王梦溪（1991—），女，硕士生，研究方向为中药资源与鉴定。E-mail: 15651660187@163.com

\*通信作者：吴启南（1963—），男，博士，教授，博士生导师，研究方向为中药资源生产与品质评价。Tel: (025) 85811010, E-mail: qnwyjs@163.com.

同批次晒干品更强,而且鲜益母草胶囊的药理活性也强于同剂量流浸膏。

益母草于夏季茎叶茂盛、花未开或初开时采割、晒干或切段晒干<sup>[1]</sup>,传统干燥方式周期较长,易受天气影响,干燥程度及干燥后药材质量难以控制和规范。目前,诸如热风干燥、红外干燥、微波干燥等现代方式已逐渐用于中药材产地干燥加工中,有着干燥时间短、参数可控、药材质量稳定可靠等特点。

本实验以水苏碱、益母草碱、芦丁、槲皮素、芹菜素、芫花素含有量为评价指标,对益母草的不同干燥方式(热风干燥、红外干燥、微波干燥)进行优选,并与传统晒干、阴干进行比较,为其干燥加工技术提供有益的探索。

## 1 仪器与材料

1.1 仪器 Waters 2695 高效液相色谱仪(配置 Waters 2998 PDA 检测器、高精度四元梯度泵、自动进样器、Empower 色谱工作站); 蒸发光散射检测器(美国格雷斯公司); BT 125D 电子分析天平(十万分之一,北京赛多利斯仪器系统有限公司); HH-S 电热恒温水浴箱(巩义市英峪华仪器厂); AGA-10TY 实验室级超纯水器(南京易普易达科技发展有限公司); PMB53 艾德姆水分测定仪(德国 Adam 公司); 电热鼓风干燥机(上海一恒科学仪器有限公司); 中短波红外干燥机(江苏泰州圣泰科红外科技有限公司); 隧道式微波干燥机(南京研正微波设备厂)。

1.2 材料 益母草于 2015 年 7 月 31 日采自山东省临沂市沂蒙山,经南京中医药大学吴启南教授鉴定为唇形科植物益母草 *Leonurus japonicus* Houtt. 的新鲜地上部分,初始含水量 77.12%。盐酸水苏碱(货号 SS9440)、盐酸益母草碱(货号 SL8020)、芦丁(货号 SR8250)、槲皮素(货号 S90083)、芹菜素(货号 S90113)、芫花素(货号 SG8890)对照品均购自北京索莱宝科技有限公司,含有量均大于 98%。甲醇(色谱纯,江苏汉邦科技有限公司;分析纯,无锡市亚盛化工有限公司);磷酸(色谱纯,国药集团化学试剂有限公司)。

## 2 方法与结果

2.1 干燥方法 新鲜益母草除去杂质后用水洗净,分成 3 批,每批分别采用 6 种干燥方法,每种方法又分别以整株干燥和切段干燥进行,平行 3 份。干燥前取少量鲜药材,测定其初始含水量,干燥过程中每 30 min 取出适量测定含水量,当含水量少于

13% 时停止干燥。

2.1.1 新鲜 将药材均匀放在微波专用托盘上,置于隧道式微波干燥机中,设置 100 °C 微波 60 s 以快速脱干水分。研究发现<sup>[9]</sup>,微波杀青可以快速钝化新鲜植物中的酶活性,并杀死微生物,同时蒸发内部水分以排除其干扰,从而保证实验条件一致。

2.1.2 晒干 将药材置于室外日光下晾晒至干,室外温度 38 °C,空气湿度 49%。

2.1.3 阴干 将药材置于室内阴凉通风处自然干燥,温度 37 °C,空气湿度 45%。

2.1.4 热风干燥 将药材置于控温控湿干燥机中,50、60、70 °C 下干燥,湿度 10%。

2.1.5 红外干燥 将药材平铺于托盘上,置于中短波红外干燥机中,50、60、70 °C 下干燥。

2.1.6 微波干燥 将药材均匀放在微波专用托盘上,置于隧道式微波干燥机中,50、60、70 °C 下干燥。

2.2 含水量测定 取不同干燥方式的益母草药材各 3 份,每份 0.5 g,切成小段,置于 PMB53 艾德姆水分测定仪中测定,按公式含水量 = (减失的质量/样品质量) × 100% 计算,结果见表 1。

表 1 含水量测定结果

Tab. 1 Results of water content determination

序号	干燥方法	干燥时间/h	含水量/%
1	切段晒干	12	9.38
2	整株晒干	12	10.07
3	切段阴干	24	10.89
4	整株阴干	24	11.24
5	切段热风 50 °C 干燥	10	13.04
6	切段热风 60 °C 干燥	4	12.45
7	切段热风 70 °C 干燥	2	9.91
8	整株热风 50 °C 干燥	10	11.98
9	整株热风 60 °C 干燥	4	10.43
10	整株热风 70 °C 干燥	2	10.05
11	切段红外 50 °C 干燥	8	11.15
12	切段红外 60 °C 干燥	3	10.76
13	切段红外 70 °C 干燥	1.5	8.92
14	整株红外 50 °C 干燥	8	11.07
15	整株红外 60 °C 干燥	3	10.58
16	整株红外 70 °C 干燥	1.5	9.96
17	切段微波 50 °C 干燥	5	9.85
18	切段微波 60 °C 干燥	2	9.76
19	切段微波 70 °C 干燥	1	8.83
20	整株微波 50 °C 干燥	5	9.62
21	整株微波 60 °C 干燥	2	9.54
22	整株微波 70 °C 干燥	1	8.81

## 2.3 含有量测定

### 2.3.1 水苏碱

2.3.1.1 色谱条件 Waters Spherisorb<sup>®</sup> NH<sub>2</sub> 色谱

柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水 (80:20); 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 °C; 蒸发光散射检测器检测, 载气体积流量 2.4 L/min; 漂移管温度 80 °C。

**2.3.1.2 对照品溶液制备** 精密称取盐酸水苏碱对照品适量, 加 70% 乙醇制成 0.519 mg/mL 的溶液, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 即得。

**2.3.1.3 供试品溶液制备** 精密称取样品粉末 (过 3 号筛) 约 1 g, 置于圆底烧瓶中, 精密加入 70% 乙醇 25 mL, 称定质量, 加热回流 2 h, 放冷, 70% 乙醇补足减失的质量, 摆匀, 过滤, 取续滤液, 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 即得。

### 2.3.1.4 方法学考察

**精密度试验:** 精密吸取对照品溶液适量, 在“2.3.1.1”项色谱条件下进样 6 次, 测得其峰面积 RSD 为 0.87%, 表明仪器精密度良好。

**稳定性试验:** 取切段热风干燥样品的供试品溶液, 在“2.3.1.1”项色谱条件下于 0、2、4、8、16、24 h 进样, 测得其峰面积 RSD 为 0.58%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

**重复性试验:** 取同一样品 (切段热风干燥), 按“2.3.1.3”项下方法制备供试品溶液, 平行 6 份, 在“2.3.1.1”项色谱条件下进样, 测得其峰面积 RSD 为 1.12%, 表明该方法重复性良好。

**加样回收率试验:** 精密称取含有量已知的切段热风干燥样品 9 份, 每份 0.1 g, 按已知含有量的 80%、100%、120% 水平加入对照品, 按“2.3.1.3”项下方法制备供试品溶液, 测得平均加样回收率为 100.43%, RSD 为 2.32%。

**2.3.1.5 测定方法** 精密吸取对照品溶液 5、10 μL, 供试品溶液 10、20 μL, 注入色谱仪, 外标两点法测定。

### 2.3.2 益母草碱与黄酮类成分

**2.3.2.1 色谱条件** Waters X Bridge<sup>TM</sup> C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相甲醇 (A) - 0.1% 磷酸 (B), 梯度洗脱 (0 ~ 10 min, 10% ~ 30% A; 10 ~ 28 min, 30% ~ 45% A; 28 ~ 43 min, 45% ~ 55% A; 43 ~ 58 min, 55% ~ 70% A); 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 270 nm; 柱温 30 °C; 进样量 5 μL。

**2.3.2.2 线性关系考察** 精密称取盐酸益母草碱、芦丁、槲皮素、芹菜素、芫花素对照品, 配制成质量浓度分别为 0.500、0.880、0.100、0.102、0.100 mg/mL, 甲醇逐级稀释, 在“2.3.2.1”项

色谱条件下进样。以峰面积为横坐标 (X), 质量浓度为纵坐标 (Y) 进行回归, 结果见表 2, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 2 5 种成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of five constituents

成分	线性方程	R <sup>2</sup>	线性范围/(mg·mL <sup>-1</sup> )
益母草碱	$Y = 2 \times 10^7 X + 218\ 676$	0.999 0	0.1 ~ 0.5
芦丁	$Y = 2 \times 10^7 X + 86\ 443$	0.999 4	0.018 ~ 0.88
槲皮素	$Y = 3 \times 10^7 X + 11\ 554$	0.999 8	0.001 ~ 0.02
芹菜素	$Y = 4 \times 10^7 X + 31\ 755$	0.999 0	0.001 ~ 0.102
芫花素	$Y = 4 \times 10^7 X - 31\ 123$	0.999 3	0.01 ~ 0.1

**2.3.2.3 供试品溶液制备** 精密称取样品粉末 (过 3 号筛) 3 g, 置于圆底烧瓶中, 加入甲醇 50 mL, 加热回流 2 h, 放冷, 滤过, 滤液置于蒸发皿中水浴蒸发至干, 残渣用甲醇溶解并定容至 5 mL, 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 即得。

### 2.3.2.4 方法学考察

**精密度试验:** 精密吸取对照品溶液, 在“2.3.2.1”项色谱条件下连续进样 6 次, 测得各成分峰面积 RSD 均小于 3.0%, 表明仪器精密度良好。

**稳定性试验:** 取切段热风干燥样品的供试品溶液, 在“2.3.2.1”项色谱条件下于 0、2、4、8、16、24 h 进样, 测得各成分峰面积 RSD 均小于 3.0%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

**重复性试验:** 取同一样品 (切段热风干燥), 按“2.3.2.3”项下方法制备供试品溶液, 平行 6 份, 在“2.3.2.1”项色谱条件下进样, 测得各成分峰面积 RSD 均小于 3.0%, 表明该方法重复性良好。

**加样回收率试验:** 精密称取含有量已知的切段热风干燥样品 9 份, 每份 3 g, 按已知含有量的 80%、100%、120% 水平加入对照品, 按“2.3.2.3”项下方法制备供试品溶液, 测得益母草碱、芦丁、槲皮素、芹菜素、芫花素的平均加样回收率分别为 99.78%、101.32%、95.35%、97.81%、98.66%, RSD 均小于 5.0%。

**2.3.2.5 测定方法** 按“2.3.2.3”项下方法制备供试品溶液, 平行 3 份, 在“2.3.2.1”项色谱条件下测定峰面积, 标准曲线法测定。

## 3 结果

**3.1 含有量测定** 结果见图 1 ~ 2、表 3。由此可知, 新鲜益母草中水苏碱和益母草碱含有量最高, 但芹菜素含有量较低, 经干燥后有所增加, 同时槲皮素和芫花素含有量在干燥后有不同程度降低。通

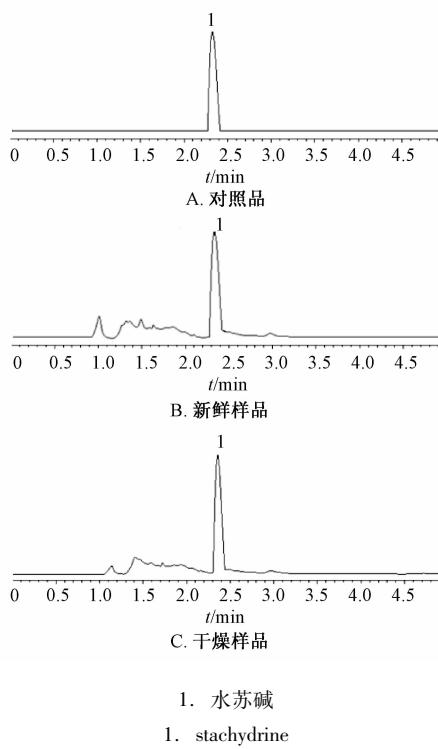
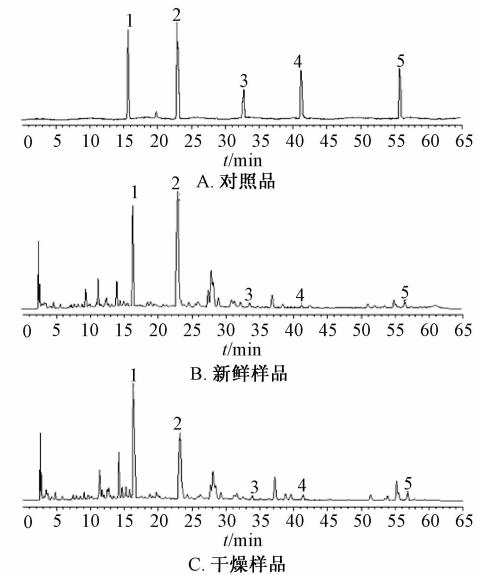


图1 水苏碱 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of stachydrine

过与新鲜药材比较发现,热风干燥对益母草碱、芦丁、芹菜素含有量的保留较高;红外干燥与其相似,但对有效成分的保留不如前者;自然干燥法对各成分的保留略高于微波干燥法;微波干燥处理



1. 益母草碱 2. 芦丁 3. 槲皮素 4. 芹菜素 5. 芫花素  
1. leonurine 2. rutin 3. quercetin 4. apigenin 5. genkwanin

图2 益母草碱与黄酮类成分 HPLC 色谱图

Fig. 2 HPLC chromatograms of leonurine and flavonoids

后,仅芫花素的流失较少,这可能与干燥过程中水分子剧烈运动,从而加剧生物碱分解有关<sup>[10]</sup>。另外,各成分的变化还与干燥温度有关,高温热风干燥及红外干燥都保留了较多有效成分,可能是由于温度快速升高时,抑制或破坏了益母草中的酶活性,从而起到杀酶保苷的作用。

表3 6种成分含有量测定结果 (mg/g)

Tab. 3 Results of content determination of six constituents (mg/g)

样品	水苏碱	益母草碱	芦丁	槲皮素	芹菜素	芫花素
新鲜	19.864 7	1.037 7	1.135 8	0.030 8	0.008 5	0.051 5
切段晒干	11.714 4	0.715 5	0.824 8	0.021 4	0.015 5	0.022 2
整株晒干	12.927 3	0.834 8	0.982 5	0.022 0	0.018 3	0.034 3
切段阴干	11.374 6	0.743 9	0.809 3	0.017 2	0.016 4	0.019 7
整株阴干	13.446 3	0.856 0	0.976 1	0.021 8	0.018 7	0.029 7
切段热风 50 ℃ 干燥	13.022 9	0.767 7	0.985 9	0.015 1	0.015 5	0.026 2
切段热风 60 ℃ 干燥	13.100 4	0.840 8	1.049 1	0.019 3	0.017 8	0.031 3
切段热风 70 ℃ 干燥	14.060 7	0.933 4	1.369 1	0.024 9	0.019 4	0.036 2
整株热风 50 ℃ 干燥	13.511 2	0.888 9	1.135 7	0.023 2	0.018 5	0.037 9
整株热风 60 ℃ 干燥	13.928 8	0.890 0	1.150 7	0.024 7	0.021 4	0.037 4
整株热风 70 ℃ 干燥	14.295 8	0.990 8	1.450 5	0.027 5	0.024 4	0.039 1
切段红外 50 ℃ 干燥	12.010 6	0.775 8	0.948 5	0.015 4	0.014 1	0.031 9
切段红外 60 ℃ 干燥	13.339 4	0.807 5	0.997 2	0.016 1	0.018 3	0.034 0
切段红外 70 ℃ 干燥	12.958 3	0.808 1	1.150 6	0.018 1	0.019 7	0.035 6
整株红外 50 ℃ 干燥	12.921 6	0.817 8	1.098 4	0.018 7	0.017 5	0.034 3
整株红外 60 ℃ 干燥	13.502 7	0.920 5	1.110 4	0.020 5	0.020 5	0.034 6
整株红外 70 ℃ 干燥	13.961 2	0.909 8	1.194 5	0.024 7	0.023 8	0.037 6
切段微波 50 ℃ 干燥	10.452 2	0.498 4	0.524 2	0.009 2	0.011 8	0.025 6
切段微波 60 ℃ 干燥	12.528 2	0.663 6	0.754 7	0.009 9	0.013 0	0.030 6
切段微波 70 ℃ 干燥	10.039 5	0.709 0	0.664 0	0.008 5	0.011 3	0.026 8
整株微波 50 ℃ 干燥	11.741 5	0.675 3	0.639 9	0.012 3	0.016 7	0.031 7
整株微波 60 ℃ 干燥	12.942 6	0.754 6	0.870 2	0.014 8	0.018 4	0.032 7
整株微波 70 ℃ 干燥	10.553 4	0.773 7	0.791 3	0.013 0	0.012 5	0.029 3

3.2 适宜干燥方法确定 采用TOPSIS综合分析法, 对不同干燥方法下的样品进行评价。该方法通过确定各项指标的正理想值 $Z^+$ 和负理想值 $Z^-$ , 求出各干燥方法与两者之间的加权欧式距离 $D^+$ 和 $D^-$ , 从而得到各干燥方法与理想方案的接近程度 $C_i$ , 作为评价方案优选的标准<sup>[11]</sup>。结果见表4。

表4 TOPSIS综合评价结果

Tab. 4 Results of TOPSIS comprehensive evaluation

序号	$D^+$	$D^-$	$C_i$	排序
10	0	0.379 114	1	1
7	0.072 707	0.319 963	0.814 839	2
9	0.084 793	0.301 393	0.780 435	3
8	0.112 496	0.270 188	0.706 034	4
15	0.122 855	0.261 501	0.680 362	5
13	0.147 566	0.237 814	0.617 090	6
2	0.149 027	0.237 599	0.614 546	7
4	0.155 974	0.232 520	0.598 516	8
16	0.217 937	0.320 098	0.594 938	9
14	0.160 555	0.222 753	0.581 134	10
6	0.163 109	0.218 797	0.572 908	11
12	0.186 604	0.200 834	0.518 364	12
21	0.217 176	0.171 598	0.441 382	13
1	0.231 183	0.178 175	0.435 255	14
5	0.227 505	0.161 291	0.414 848	15
11	0.228 285	0.161 118	0.413 757	16
3	0.253 544	0.148 241	0.368 955	17
22	0.279 436	0.116 507	0.294 251	18
20	0.280 961	0.116 305	0.292 764	19
18	0.302 713	0.099 096	0.246 624	20
19	0.339 882	0.070 267	0.171 320	21
17	0.365 546	0.025 107	0.064 269	22

由表可知, 各干燥方法的优选顺序依次为热风干燥>晒干>阴干>红外干燥>微波干燥。再比较了整株干燥与切段干燥, 发现前者可以保留更多有效成分, 减少切制过程中的流失, 使药材发挥最大药效。另外, 在热风干燥和红外干燥中, 干燥温度越高, 有效成分流失越少。传统晒干和阴干具有一定合理性, 但耗时长, 而且受气候影响大, 难以控制药材质量; 红外干燥能量的穿透力有限, 不能完全干燥厚度超过10 mm的药材<sup>[10]</sup>; 微波干燥对黄酮类成分的保留较理想, 但对生物碱类成分的流失较大。综合考虑益母草干燥加工过程中活性成分含有量、干燥设备成本以及操作难易度等因素, 最终选择整株热风70 ℃干燥作为该药材最适宜的干燥方法。

#### 4 讨论

益母草虽然为唇形科植物, 但其挥发油含有量很低, 楼之岑<sup>[11]</sup>等测得其仅为0.083%; 孙玲等<sup>[12]</sup>采用微波辅助萃取法优化提取工艺后, 也只

提高了0.03%。同时, 目前对益母草药理药效的评价大多集中在生物碱类和黄酮类成分, 对其挥发油类成分鲜有报道。因此, 本实验并未考察该类成分, 而在《中国药典》的基础上增加了黄酮类成分, 从而更全面地评价了不同干燥方式下益母草的质量。

2015版《中国药典》中, 益母草的采收加工既可采割后直接整株晒干, 也可切段晒干。本实验发现, 先切段后干燥易导致益母草有效成分的流失, 从而影响其质量, 故该药材在产地加工时应采用整株热风干燥的现代干燥方法, 并省略中间的储存和重复干燥过程, 使其不受天气因素影响。但制成益母草饮片还需切段处理, 仍要进一步规范其切制技术, 探讨药材应在干燥至何种程度时切制, 这才能够保证饮片质量。

#### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015年版一部 [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 290-291.
- [2] 崔张新, 尚金星, 雷慧, 等. 益母草文献考证 [J]. 现代中西医结合杂志, 2010, 19(5): 627-630.
- [3] 李霞, 陈飞虎, 袁凤来, 等. 益母草碱对药物流产后大鼠子宫的作用研究 [J]. 中国临床药理学与治疗学, 2009, 14(5): 481-486.
- [4] 熊莺, 杨解人. 益母草碱对大鼠急性心肌缺血损伤心肌钙蛋白T的影响 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(2): 21-24.
- [5] 郭炜, 赵培, 顾燕频, 等. 活性氧参与益母草水苏碱抗Ang II诱导心肌细胞肥大的影响 [J]. 中西医结合心脑血管杂志, 2009, 7(5): 559-561.
- [6] 李素云, 姜水印, 卫洪昌, 等. 益母草生物碱和黄酮成分抗大鼠心肌缺血药效学研究 [J]. 上海中医药大学学报, 2006, 20(1): 61-63.
- [7] 杨明华, 王万青, 金祖汉. 新鲜益母草的缩宫作用的研究 [J]. 基层中药杂志, 2001, 15(3): 61-62.
- [8] 杨明华, 郭月芳, 金祖汉, 等. 鲜益母草胶囊和益母草流浸膏对血液系统影响的比较研究 [J]. 中国现代应用药学杂志, 2002, 19(1): 14-16.
- [9] 刘淑贞, 孙文静, 李成龙, 等. 微波杀青制备桑茶及其细胞抗氧化作用研究 [J]. 食品工业科技, 2015, 36(5): 103-107.
- [10] 朱邵晴, 朱振华, 郭盛, 等. 不同干燥方法对薄荷药材中多元功效成分的影响与评价 [J]. 中国中药杂志, 2015, 40(24): 4860-4867.
- [11] Sun Y F, Liang Z S, Shan C J, et al. Comprehensive evaluation of natural antioxidants and antioxidant potentials in *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex HF Chou fruits based on geographical origin by TOPSIS method [J]. *Food Chem.*, 2011, 124(4): 1612-1619.

- [11] 楼之岑, 秦波. 常用中药材品种整理和质量研究(北方编): 第1册[M]. 北京: 北京医科大学中国协和医科大学联合出版社, 1995: 561-564.
- [12] 孙玲, 杨肖, 李世民, 等. 微波辅助萃取益母草中挥发油含量研究[J]. 中国药物警戒, 2016, 13(1): 13-15.

## 5个采收期女贞子中5种成分的动态变化

王甫成<sup>1</sup>, 纪东汉<sup>1</sup>, 方成武<sup>1,2</sup>, 龚道峰<sup>1</sup>, 夏成凯<sup>1</sup>

(1. 安徽中医药科学院, 亳州中医药研究所/亳州职业技术学院, 安徽 亳州 236800; 2. 安徽中医药大学, 安徽 合肥 230012)

**摘要:** 目的 分析5个采收期(8、9、10、11、12月)女贞子*Ligustri lucidi Fructus*中5种成分的动态变化。方法 女贞子乙醇提取液的HPLC分析采用Aglient Zorbax SB-C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 以乙腈-0.1%磷酸为流动相, 梯度洗脱; 体积流量1.0 mL/min; 柱温25 °C; 检测波长224 nm。结果 红景天苷、酪醇、木犀草苷、女贞苷和特女贞苷在各自范围内均呈良好的线性关系( $r > 0.999$  0), 加样回收率99.56% ~ 100.30%, RSD 0.89% ~ 1.23%。各成分(除酪醇外)含有量均在9月采收的样品中最高, 10月次之。结论 女贞子的适宜采收期为9月和10月。

**关键词:** 女贞子; 红景天苷; 酪醇; 木犀草苷; 女贞苷; 特女贞苷; 采收期; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2017)05-1011-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2017.05.027

## Dynamic changes of five constituents in *Ligustri lucidi Fructus* at five picking time

WANG Fu-cheng<sup>1</sup>, JI Dong-han<sup>1</sup>, FANG Cheng-wu<sup>1,2</sup>, GONG Dao-feng<sup>1</sup>, XIA Cheng-kai<sup>1</sup>

(1. Anhui Academy of Chinese Medicine, Bozhou Institute of Chinese Materia Medica/Bozhou Vocational and Technical College, Bozhou 236800, China;  
2. Anhui University of Chinese Medicine, Hefei 230012, China)

**ABSTRACT: AIM** To analyze the dynamic changes of five constituents in *Ligustri lucidi Fructus* at five picking time (August, September, October, November, December). **METHODS** The HPLC analysis of *Ligustri lucidi Fructus* ethanol extract was performed on a 25 °C thermostatic Aglient Zorbax SB-C<sub>18</sub> column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% phosphoric acid flowing at 1 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelength was set at 224 nm. **RESULTS** Salidroside, tyrosol, luteolin-7-O-glucoside, ligstroflavone and specnuezhenide showed good linear relationships within their own ranges ( $r > 0.999$  0), whose average recoveries were 99.56% – 100.30% with the RSDs of 0.89% – 1.23%. The contents of various constituents (except for tyrosol) were the highest in samples picked up in September, followed by those picked up in October. **CONCLUSION** The suitable picking time of *Ligustri lucidi Fructus* is September and October.

**KEY WORDS:** *Ligustri lucidi Fructus*; salidroside; tyrosol; luteolin-7-O-glucoside; ligstroflavone; specnuezhenide; picking time; HPLC

---

收稿日期: 2017-01-09

基金项目: 安徽省高等学校省级自然科学研究重点项目(KJ2016A498); 安徽省高等教育振兴计划人才项目[皖教秘人(2014)181]; 安徽省高等学校质量工程项目(2015msgzs174, 2015jxtd073, 2015sjjd039, 2014jxtd073)

作者简介: 王甫成(1979—), 男, 硕士, 副教授, 从事中药加工炮制及质量标准研究。Tel: (0558) 5587026, E-mail: wfc520@126.com