

· 中药农业 ·

箭叶淫羊藿适宜采收期的研究[△]任龙飞¹, 董诚明¹, 苏秀红^{1*}, 杜真辉¹

(1. 河南中医药大学, 河南 郑州 450000; 2. 呼吸疾病河南省协同创新中心, 河南 郑州 450000)

[摘要] 目的: 通过大田试验研究, 比较箭叶淫羊藿不同采收时期产量和质量, 确定适宜的采收期。方法: 每月采样, 测定地上部分生物量; HPLC 测定不同采收期淫羊藿叶 4 种黄酮成分朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C 和淫羊藿苷的含量。结果: 箭叶淫羊藿 3 月底含量最高, 8 月底产量最高。结论: 根据箭叶淫羊藿不同采收期的综合评价结果确定其适宜采收期为 8 月 31 日前后。

[关键词] 箭叶淫羊藿; 采收期; 产量; 品质

Research on Suitable Harvest Period of *Epimedium sagittatum*REN Long-fei¹, DONG Cheng-ming¹, SU Xiu-hong^{1*}, DU Zhen-hui¹

(1. College of Pharmacy, Henan University of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450000, Henan, China;
2. Respiratory Diseases Henan Provincial Collaborative Innovation Center for Respiratory Diseases, Zhengzhou 450000, China)

[Abstract] **Objective:** Field trials were conducted to compare the yield and quality of *Epimedium sagittatum* in different harvest time, and the best harvesting period was selected to guide the field production. **Methods:** The content of epimedin A, epimedin B, epimedin C and icariin at different harvest stages was determined by HPLC. The comprehensive method was used to evaluate the yield and flavonoid content of *E. sagittatum* in different harvest periods. **Results:** The suitable harvest time was as follows: August 31st > July 30th > September 30th > October 30th > June 30th > May 31st > April 30th > March 30th. **Conclusion:** Based on the comprehensive rankings of different harvest periods of *E. sagittatum*, the optimal harvest period is around August 31st.

[Keywords] *Epimedium sagittatum* (Sieb. et Zucc.) Maxim.; harvest; yield; quality

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20180227006

淫羊藿是小檗科淫羊藿属 *Epimedium* Linn. 植物, 始载于《神农本草经》^[1], 列为中品, 应用历史较长, 具有补肾阳、强筋骨、祛风湿的功效。中国的淫羊藿属植物有 55 种, 形成药材商品的有 15 种, 其中有 7 种为主要应用品种^[2]。2015 版《中华人民共和国药典》^[3] 记载做为淫羊藿药材的有: 淫羊藿 *E. brevicornu* Maxim.、箭叶淫羊藿 *E. sagittatum* (Sieb. et Zucc.) Maxim.、柔毛淫羊藿 *E. pubescens* Maxim. 或朝鲜淫羊藿 *E. koreanum* Nakai。

采收是中药生产过程中的重要环节, 是中医临床安全有效用药的前提采收时期影响中药质量和产量, 开展中药适时采收期的研究具有重要意义和应用价值。目前关于箭叶淫羊藿化学成分、质量控制、

炮制工艺、提取工艺、药理作用等的研究较多, 但是关于箭叶淫羊藿采收期的研究较少。笔者研究不同采收期对箭叶淫羊藿产量及品质的影响, 旨在探寻箭叶淫羊藿的适宜采收期, 为其合理采收, 安全用药奠定基础。

1 材料

1.1 材料

箭叶淫羊藿采集于河南省驻马店市平舆县种植基地。经河南中医药大学董诚明教授鉴定为小檗科淫羊藿属箭叶淫羊藿 *Epimedium sagittatum* (Sieb. et Zucc.) Maxim.。自 2016 年 3 月 30 日起, 每月采集一次地上部分测定生物量, 每次采收 4 m², 10 月 30

[△] [基金项目] 中央引导地方科技发展专项; 河南自然科学基金研究项目资助(162300410124)

* [通信作者] 苏秀红, 教授, 研究方向: 中药材资源; E-mail: suxiuhong80@163.com

日采集最后一次,去除茎和叶柄后,烘干打粉备用。

1.2 试剂与仪器

Waters e2695 高效液相色谱(沃特世科技(上海)有限公司),朝藿定 A(批号: MUST-16042902)、朝藿定 B(批号: MUST-16042902)、朝藿定 C(批号: MUST-16042902)、淫羊藿苷(批号 MUST-16042902)成都曼思特生物科技有限公司;甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 朝藿定 A, 朝藿定 B, 朝藿定 C, 淫羊藿苷的测定

2.1.1 对照品的制备 分别精密称取朝藿定 A、B、C 和淫羊藿苷对照品适量,加甲醇配制成每 1 mL 含朝藿定 A 230 μg 、朝藿定 B 598 μg 、朝藿定 C 654 μg 、淫羊藿苷 4044 μg 的混合对照品溶液,置于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。

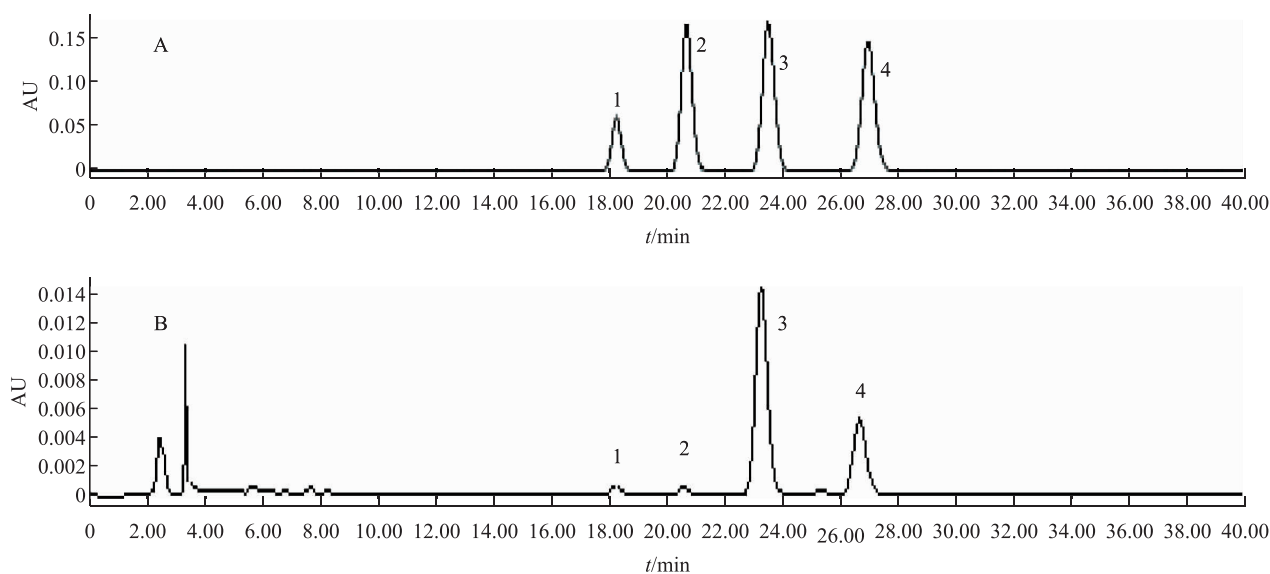
供试品溶液的制备 精密称量过 60 目筛的淫羊藿药材粉末 1 g,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,精密量取 20 mL 50% 乙醇加入,称定重量,超声(200 W, 40 KHZ)20 min,用 50% 乙醇补足重量,过滤,取续滤液,用于测定朝藿定 A、B 和淫羊藿苷。另取供试品溶液 0.5 mL,用甲醇稀释至 50 mL,过滤,取续滤液用于测定朝藿定 C。

2.1.2 色谱条件 色谱柱 Unitary C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm),流动相:乙腈-水(25:75),柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;流速:1.0 mL $\cdot$ min $^{-1}$,检测波长:270 nm,进样量 10 μL 。

2.1.3 线性关系考察 将上述混合对照品溶液稀释成 6 个不同的浓度,按 2.1.2 项下色谱条件测定。以进样浓度($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)为横坐标,峰面积为纵坐标进行线性回归,得到朝藿定 A、B、C 和淫羊藿苷的回归方程分别为: $Y = 1.7542 \times 10^6 X - 7.4794 \times 10^4$ ($r = 0.9991$),线性范围为 0.132 ~ 2.300 μg ; $Y = 1.9958 \times 10^6 X - 1.7171 \times 10^5$ ($r = 0.9994$),线性范围为 0.204 ~ 5.980 μg ; $Y = 2.1072 \times 10^6 X - 2.3184 \times 10^5$ ($r = 0.9993$),线性范围为 0.082 ~ 6.54 μg ; $Y = 2.2058 \times 10^6 X + 4.452 \times 10^5$ ($r = 0.9992$),线性范围为 0.202 ~ 40.44 μg 。标准品和样品测定图谱见图 1,含量测定结果见表 1。

2.1.4 精密度试验 精密吸取同一混合对照品溶液,连续进样 6 次,分别计算 4 个黄酮类成分峰面积的 RSD 值在 0.75% ~ 1.77%,表明仪器精密度良好。

2.1.5 重复性试验 称取同一样品 5 份,按照 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,进行测定,计算各黄酮类成分的质量分数 RSD 在 1.18% ~ 2.45%,表明方法重复性良好。



注: a. 标准品; b. 样品图; 1. 朝藿定 A; 2. 朝藿定 B; 3. 朝藿定 C; 4. 淫羊藿苷。

图 1 箭叶淫羊藿 HPLC

表1 不同采收期各指标的测定结果($\bar{x} \pm s$, $n=6$)

时间	朝藿定 A (%)	朝藿定 B (%)	朝藿定 C (%)	淫羊藿苷 (%)	4 m ² 产量/g
3. 30	0. 40 ± 0. 02a	0. 38 ± 0. 01a	10. 84 ± 0. 24a	3. 08 ± 0. 04a	244. 67 ± 108. 58d
4. 30	0. 18 ± 0. 01e	0. 15 ± 0. 01 g	9. 02 ± 0. 34c	2. 00 ± 0. 10b	675. 00 ± 141. 57cd
5. 31	0. 33 ± 0. 00b	0. 26 ± 0. 00b	10. 04 ± 0. 17b	2. 40 ± 0. 91ab	950. 33 ± 116. 56c
6. 30	0. 25 ± 0. 01c	0. 24 ± 0. 00c	9. 75 ± 0. 09b	2. 45 ± 0. 06ab	1085. 56 ± 23. 65c
7. 30	0. 20 ± 0. 01e	0. 14 ± 0. 00 g	9. 05 ± 0. 15c	2. 44 ± 0. 09ab	2232. 22 ± 379. 36b
8. 31	0. 20 ± 0. 01e	0. 18 ± 0. 01e	9. 11 ± 0. 05c	2. 00 ± 0. 10b	2798. 44 ± 419. 02a
9. 30	0. 20 ± 0. 00e	0. 17 ± 0. 00ef	8. 61 ± 0. 18c	1. 82 ± 0. 04b	1830. 00 ± 190. 53b
10. 30	0. 23 ± 0. 01d	0. 21 ± 0. 00d	7. 54 ± 0. 19d	2. 14 ± 0. 04b	1793. 33 ± 133. 17b

注:不同小写字母表示差异显著性具有统计学意义($P < 0.05$)。

2.1.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别于0、2、4、8、12、24 h进行测定,计算4个黄酮类成分的峰面积RSD值在0.75%~1.38%,表明供试品溶液在24 h稳定性良好。

2.1.7 加样回收试验 精密称取精密称取已知含量的同一批药材粉末0.5 g,共6份,置于具塞锥形瓶中,加入稀释过的对照品溶液,按照2.1.2项下方法测定,计算回收率。朝藿定A,朝藿定B,朝藿定C,淫羊藿苷的平均回收率分别为:98.16%、98.06%、99.69%、98.43%,RSD值均<3%。

2.2 数据结果采用DPS 9.0新复极差法进行单因素分析。

2.3 不同采收期测定结果比较

由表1可知,3月30日采收的淫羊藿叶片中四种黄酮类成分均显著高于其它各组,但是产量最低。随着栽培时间的增加,产量逐渐增加,到8月31日产量达到最大值,之后有所下降。但是8月31日的含量并不高,因此需要对数据进行进一步的分析,对产量和质量进行综合评价,来确定适宜采收期。

2.4 数据分析

对以上数据选择产量与四种黄酮类成分之和相乘的数据进行评价,即 $OD = \text{产量} \times (\text{朝藿定A含量} + \text{朝藿定B含量} + \text{朝藿定C含量} + \text{淫羊藿苷含量})$,结果如表2。

根据产量和含量相乘的结果来看,适宜采收日期依次为8月31日>7月30日>9月30日>10月30日>6月30日>5月31日>4月30日>3月30日,8月31日前后为适宜采收日期,3月30日采收效果最差。

表2 不同采收期产量和质量综合评价

时间	4 m ² 产量/g	含量之和 (%)	OD值	排名
3. 30	244. 67	14. 7	3 596. 65	8
4. 30	675	11. 35	7 661. 25	7
5. 31	950. 33	13. 03	12 382. 80	6
6. 30	1 085. 56	12. 69	13 775. 76	5
7. 30	2 232. 22	11. 83	26 407. 16	2
8. 31	2 798. 44	11. 49	32 154. 08	1
9. 30	1 830	10. 8	19 764. 00	3
10. 30	1 793. 33	10. 12	18 148. 50	4

3 讨论与结论

前期实验对不同采收期的箭叶淫羊藿做了质量检查,其水分、灰分、浸出物含量均符合中国药典规定。淫羊藿苷不得少于0.50%也完全符合药典规定,值得注意的是本实验测得的朝藿定C含量远高于其它黄酮成分。

朝藿定A,朝藿定B,朝藿定C和淫羊藿苷均表现为3月30日生长初期最高,但其大部分是植株的嫩叶,产量最低并不适宜采收。4月份其含量显著降低,可能与开花结果,消耗较多养分有关,张祖荣^[4]研究了开花结果对牡丹丹皮产量及质量的影响,结果表明摘蕾处理组丹皮产量及质量显著高于自然开花组。5月份,6月份箭叶淫羊藿叶片尚未完全展开,叶片的生物产量小,折干率低,也不适宜采收。箭叶淫羊藿的产量在8月份显著高于其他月份,含量与7、9、10月份差别不大,最终确定8月份为最适宜采收时期。

采收期的确定要结合产量和含量,目前关于淫

羊藿的采收期,潘丕克^[5]发现不同品种、不同栽培地的淫羊藿采收期也不相同。于俊林^[6]通过测定朝鲜淫羊藿不同采收期的淫羊藿苷和总黄酮含量,表明8月份采收最好;张崇喜^[7]研究朝鲜淫羊藿,综合考虑淫羊藿苷和黄酮含量,选择9月中旬为最佳采收期;何顺志^[8]研究不同生长期黔产天平山淫羊藿和粗毛淫羊藿叶片中淫羊藿苷和总黄酮的含量,确定4~5月的果期为最佳采收期,文中虽然提到结合产量和质量综合考虑确定采收期,但未见其产量数据。结合黄酮含量和产量,对各个采收期的箭叶淫羊藿进行综合评价,筛选出适宜采收时期为8月31日前后。但是关于箭叶淫羊藿适宜采收量,还有待进一步研究,因为在基地中发现,采收量的多少会影响下一年的分枝数。

参考文献

[1] 吴普. 神农本草经[M]. 孙星衍,孙冯驥·辑. 北京:人

民卫生出版社,1982.

- [2] 龚黎明,甘我挺,郭宝林,等. 薄荷款冬花等9种全草叶及花类药材商品电子交易规格等级标准[J]. 中国现代中药,2016,18(11):1422-1427.
- [3] 国家药典委员会,中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:327.
- [4] 张祖荣,冉烈. 环境条件对重庆垫江药用牡丹丹皮产量与品质的影响[J]. 北方园艺,2010(18):205-208.
- [5] 潘丕克. 淫羊藿繁殖及栽培技术研究进展[J]. 林业实用技术,2016(4):45-49.
- [6] 于俊林,姜启娟,孙仁爽,等. 朝鲜淫羊藿不同部位不同采收期有效成分的含量测定[J]. 中国实验方剂学,2012,18(7):92-95.
- [7] 张崇禧,马晓静,张莹莹,等. 朝鲜淫羊藿最佳采收期的研究[J]. 中成药,2009,31(4):576-579.
- [8] 何顺志,王悦云,徐文芬,等. 不同生长期黔产天平山淫羊藿和粗毛淫羊藿叶中黄酮类成分的含量变化研究[J]. 贵州科学,2008,26(3):34-37.

(收稿日期 2018-02-27)

(上接第998页)

- [2] 蔺海明,陈健,武延安,等. 西北地区中药材种植与加工技术研究[M]. 兰州:甘肃科学技术出版社,2006:33-41.
- [3] 黄璐琦,彭华胜,肖培根. 中药资源发展的趋势探讨[J]. 中国中药杂志. 2011;36(1):1-3.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北

京:中国医药科技出版社,2015:191

- [5] 唐启义. DPS 数据处理系统[M]. 北京:科学出版社,2010.
- [6] 韩宇,史娟,谢应忠,等. 宁夏隆德县黄芪根瘤菌田间调查[J]. 中药材,2016,39(2):262-264.

(收稿日期 2018-02-26)