

· 实验研究 ·

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2018.14.001

干燥方式对艾叶品质的影响*

蒲锐,王小婷,武娟,毛梦然,万定荣[△]

(中南民族大学药学院,湖北 武汉 430074)

摘要:目的 研究艾叶有效物质含量与常用干燥方式(阴干或晒干)的关系,为保障艾叶品质提供合适的干燥方法。方法 采用紫外-可见分光光度法,以芹菜素为对照品,测定艾叶总黄酮含量;采用2015年版《中国药典(四部)》方法测定艾叶挥发油和鞣质含量;采用高效液相色谱(HPLC)指纹图谱法初步比较样品70%甲醇提取液的谱峰特征。结果 艾叶阴干样品中有效物质挥发油、总黄酮和鞣质的含量均显著高于晒干样品,其HPLC指纹图谱研究结果也支持这一结论。结论 阴干方式更有利于艾叶有效物质的保持,建议艾叶采收后进行阴干处理。

关键词:艾叶;干燥方式;挥发油;总黄酮;鞣质;含量测定;高效液相色谱指纹图谱

中图分类号:R282.4;R282.71

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2018)14-0001-03

Effects of Drying Methods on the Quality of *Artemisiae Argyi Folium*

Pu Rui, Wang Xiaoting, Wu Juan, Mao Mengran, Wan Dingrong

(School of Pharmaceutical Sciences, South-Central University for Nationalities, Wuhan, Hubei, China 430074)

Abstract: **Objective** To study the relationship between the content of effective ingredients of *Artemisiae Argyi Folium* and the common drying methods (drying in the shade or in the sun), in order to provide a reasonable drying method to ensure quality of *Artemisiae Argyi Folium*. **Methods** The content of total flavonoids of *Artemisiae Argyi Folium* was determined by ultraviolet-visible (UV) spectrophotometry with apigenin as reference substance and apigenin as reference substance. The contents of volatile oil and tannins were determined by the methods in *Chinese Pharmacopoeia* (2015 edition, Volume IV). The chromatogram peaks characteristics of 70% methanol extracts of the samples were compared by the HPLC fingerprint method. **Results** The contents of effective ingredients such as volatile oil, total flavonoids and tannins of *Artemisiae Argyi Folium* samples dried in shade were obviously higher than those of the samples dried in sun. The results of HPLC fingerprint analysis also preliminary supported this conclusion. **Conclusion** It is more beneficial to keep the effective ingredients of *Artemisiae Argyi Folium* by drying in shade. It is suggested that *Artemisiae Argyi Folium* should be dried in shade after harvest in order to ensure its quality.

Key words: *Artemisiae Argyi Folium*; drying method; volatile oil; total flavonoids; tannins; content determination; HPLC fingerprint

艾叶为菊科植物艾 *Artemisia argyi* Levl. et Van. 的干燥叶,为我国传统中药,也是艾灸疗法的原材料。其味辛、苦,性温,有散寒止痛、温经止血功效^[1]。现代研究表明,艾叶主要含有挥发油、黄酮类、鞣质,同时也含有三萜类、多糖等有效成分^[2-4],有抗炎、抗菌、抗病毒、抗氧化等药理作用^[5-10]。艾叶的有效物质含量与其药用功效直接相关,不同干燥方式可能对其有效物质含量有显著影响。本研究中以艾叶主要有效物质挥发油、黄酮类、鞣质的含量为指标,并辅以高效液相色谱(HPLC)指纹图谱法进行比较研究,考察常用干燥方式对艾叶质量的影响,以提供最佳干燥方式,保障艾叶商品或其产品的品质,保证其临床应用的有效性。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

UltiMate 3000 型高效液相色谱仪(含二极管阵列检测器,Chromeleon 色谱工作站,美国戴安公司);BDS Hy-

persil C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm, 赛默飞世尔科技<中国>有限公司);UV-1800PC 型紫外-可见分光光度计(上海美谱达仪器有限公司);AB256-S 型十万分之一电子分析天平(梅特勒-托利多<上海>有限公司);KQ5200B 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);HH-4 型水浴锅(金坛市科兴仪器厂);挥发油提取器(武汉杰恒达工贸有限公司);98-1-B 型电子调温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司)。

1.2 试剂

芹菜素对照品(批号为111901-201603,纯度为99.2%),没食子酸对照品(批号为110831-201605,纯度为90.8%),均购自中国食品药品检定研究院;乙腈(色谱纯,美国天地有限公司);甲醇(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);水为超纯水;其他试剂(国药集团化学试剂有限公司)均为分析纯。艾叶样品共6批,来源于湖北蕲春5批,武汉郊区1批,经中南民族大学药

*基金项目:科技部国家重点研发计划项目[2016YFF0202802]。

第一作者:蒲锐(1991-),男,苗族,在读硕士研究生,研究方向为中药民族药资源及品质,(电子信箱)znmzdxpr@163.com。

[△]通信作者:万定荣(1958-),男,汉族,博士研究生,教授,研究方向为中药民族药资源及品质,(电子信箱)wandr666@163.com。

院万定荣教授鉴定,均为菊科植物艾 *Artemisia argyi* Levl. et Van. 及其干燥叶。样品采收期均为2016年5月27日,每批样品采集后分室外太阳暴晒或室内阴干2种方式干燥,共获得12份试验样品。

2 方法与结果

2.1 挥发油含量测定

供试品制备:用四分法取适量样品,剪碎(直径1~2 mm,下同),充分混匀,装入洁净的样品袋中,即得。

样品含量测定:取各剪碎样品约40 g,精密称定,参照2015年版《中国药典(四部)》通则2204“挥发油测定法”进行测定,其中烧瓶加水600 mL。测定结果见表1。

表1 6批12份晒干及阴干艾叶样品含量测定结果

样品来源	干燥方式	挥发油 (%, V/W)	总黄酮 (%)	鞣质 (%)
1. 李时珍医药集团1	晒干	0.82	0.93	0.52
2. 李时珍医药集团1	阴干	1.12	2.03	1.18
3. 李时珍医药集团2	晒干	0.90	4.19	1.68
4. 李时珍医药集团2	阴干	1.25	6.59	3.66
5. 湖北蕲春竹林湖(香艾)	晒干	0.83	3.73	1.87
6. 湖北蕲春竹林湖(香艾)	阴干	1.17	4.83	3.82
7. 湖北蕲春鹤鹰岩	晒干	0.76	2.64	1.67
8. 湖北蕲春鹤鹰岩	阴干	0.95	4.95	2.40
9. 湖北蕲春清水河种植基地	晒干	0.88	4.97	2.41
10. 湖北蕲春清水河种植基地	阴干	1.13	6.78	3.77
11. 武汉蔡甸	晒干	0.77	5.67	2.87
12. 武汉蔡甸	阴干	1.02	6.93	3.50

2.2 总黄酮含量测定

溶液制备:取各剪碎样品约1 g,精密称定,置100 mL圆底烧瓶中,精密加入70%甲醇溶液50 mL,称定质量,85℃水浴回流1 h,放冷,用70%甲醇补足缺失的质量,摇匀,滤过,精密量取续滤液5 mL,置25 mL容量瓶中,加70%甲醇至刻度,摇匀,即得供试品溶液;取芹菜素对照品10.05 mg,精密称定,置100 mL容量瓶中,加70%甲醇适量使溶解,并定容至刻度,即得对照品溶液。

标准曲线绘制:精密量取对照品溶液0.15,0.40,0.80,1.60,2.40,3.20,4.00 mL,分别置25 mL容量瓶中,加70%甲醇稀释至刻度,摇匀,以70%甲醇为空白,照紫外-可见分光光度法,在338 nm波长处分别测定吸光度(A)。以吸光度(Y)为纵坐标、芹菜素质量浓度(X, $\mu\text{g/mL}$)为横坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y=0.0796X+0.0088$, $r=0.9997$ ($n=7$)。结果表明,芹菜素质量浓度在0.5982~15.9513 $\mu\text{g/mL}$ 范围内与吸光度线性关系良好。

测定方法学考察:测定方法通过本课题组试验确定,其供试品溶液的制备、测定波长、测定方法均参考文

献[11]。方法学考察结果表明,该方法精密性、重复性及加样回收率均符合含量测定要求,表明供试品溶液在24 h内稳定。

样品含量测定:取上述6批分别经暴晒和阴干的艾叶样品共12份,剪碎,各取约1 g,精密称定,依法制备供试品溶液并进行测定。每份样品各制成2份供试品溶液,取测定平均值作为含量测定结果。结果见表1。

2.3 鞣质含量测定

溶液制备:取各剪碎样品约2 g,精密称定,置250 mL棕色容量瓶中,加水150 mL,放置过夜,超声处理10 min,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,静置,滤过,弃初滤液50 mL,精密量取续滤液20 mL,置100 mL棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得供试品溶液。取没食子酸对照品50 mg,精密称定,置100 mL棕色容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,精密量取5 mL,置50 mL棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得对照品溶液。

标准曲线绘制:精密量取对照品溶液0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL,分别置25 mL棕色容量瓶中,各加入磷钼钨酸试液1 mL,再分别加水11.5,11.0,10.0,9.0,8.0,7.0 mL,用29%碳酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,放置30 min,以相应的试剂为空白溶液,照紫外-可见分光光度法,在760 nm波长处测定吸光度,以吸光度(Y)为纵坐标、没食子酸的质量浓度(X, $\mu\text{g/mL}$)为横坐标绘制标准曲线,得回归方程 $Y=0.1256X+0.0387$, $r=0.9998$ ($n=6$)。结果表明,没食子酸质量浓度在0.908~9.080 $\mu\text{g/mL}$ 范围内与吸光度线性关系良好。

测定方法:参照2015年版《中国药典(四部)》通则2202项下方法进行测定。

样品含量测定:取上述6批分别经暴晒和阴干的艾叶样品共12份,剪碎,各取约2 g,精密称定,依法制备供试品溶液并进行测定。每份样品各制成2份供试品溶液,取测定平均值作为含量测定结果,详见表1。

2.4 含量测定结果分析

由表1(均按干燥品计)可见,6批阴干艾叶样品的挥发油、总黄酮和鞣质含量均显著高于另6批相同产地环境的晒干样品。其中,6批阴干艾叶样品的挥发油、总黄酮和鞣质的含量范围分别为0.95%~1.25%,2.03%~6.93%,1.18%~3.82%;相同产地与环境的6批晒干艾叶样品的挥发油、总黄酮和鞣质的含量范围分别为0.76%~0.90%,0.93%~5.67%,0.52%~2.87%。6批阴干艾叶的挥发油、总黄酮和鞣质含量的平均值比晒干艾叶分别高25.3%,31.1%和39.9%。晒干样品中,有1批总黄酮的含量还达不到艾叶国际标准(ISO 20759)对总黄酮的低限要求(不应低于1.10%)^[12]。

2.5 样品 HPLC 指纹图谱的初步比较

色谱条件:色谱柱为 BDS Hypersil C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈(A)-0.2% 磷酸溶液(B),梯度洗脱(A:0~15 min、10%→20%, 15~30 min、20%→25%, 30~40 min、25%→35%, 40~45 min、35%→36%, 45~55 min、36%→65%, 55~60 min、65%→97%);流速为 0.8 mL/min;检测波长为 338 nm;柱温为 30 ℃;进样量为 10 μL。

供试品溶液制备:取剪碎的各艾叶样品约 1 g,精密称定,置 100 mL 圆底烧瓶中,加入 70% 甲醇溶液 50 mL,称定质量,85 ℃ 水浴回流 1 h,放冷,再称定质量,用 70% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5 mL,置 25 mL 容量瓶中,加 70% 甲醇至刻度,摇匀,即得。

HPLC 指纹图谱比较:对其中 3 批共 6 份阴干、晒干的样品经 70% 甲醇提取其主要含有黄酮类物质的供试品溶液,采用高效液相色谱仪对其进行初步 HPLC 指纹图谱研究,比较了阴干、晒干样品峰的种类、数目及峰面积。结果显示,所有同批晒干样品与阴干样品主要色谱峰的种类和数目均基本一致。但前者多数峰的峰面积显著低于后者,平均峰面积低于 38.2%。图 1 以采于湖北李时珍医药集团的 2 份对应的晒干和阴干艾叶样品为例,显示出 HPLC 指纹图谱峰面积的显著差异。

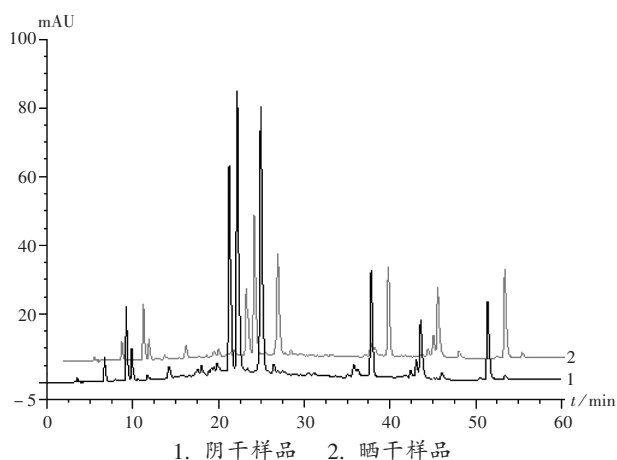


图 1 艾叶样品高效液相色谱指纹图谱

3 讨论

研究结果表明,产于湖北的 6 批共 12 份艾叶样品中,阴干样品的有效物质挥发油、总黄酮、鞣质的含量均显著高于晒干样品。两类样品的甲醇提取液的 HPLC 色谱峰的总峰面积相比也有类似结果。表明艾叶样品在 5 月底采集后的短期内,由于干燥方式不同导致几类化学成分含量产生显著变化。药材挥发油含量可因暴晒而显著降低是普遍规律。总黄酮、鞣质含量因晒干而明显降低也有报道^[13-16],而在艾叶中降幅更显著。

鉴于采取晒干的干燥方式会大幅度降低艾叶中挥发油、总黄酮和鞣质含量,为保证艾叶有效成分的高效利用,为临床提供高品质的艾叶,干燥方式应尽量采用自然阴干。建议艾叶产区在艾叶收获后采取搭棚或室内缓慢晾干的方式进行干燥,确保艾叶应用品质。

参考文献:

- [1] 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: 89.
- [2] 周峰, 秦路平, 连佳芳, 等. 艾叶的化学成分、生物活性和植物资源[J]. 药学实践杂志, 2000, 18(2): 96-98.
- [3] 陈小露, 梅全喜. 艾叶化学成分研究进展[J]. 今日药学, 2013, 23(12): 848-851.
- [4] 王惠君, 王文泉, 卢诚, 等. 艾叶研究进展概述[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(8): 15-19.
- [5] 赵桂芝, 王绪平, 俞忠明, 等. 艾叶挥发油对耳肿胀急性炎症模型小鼠的抗炎作用研究[J]. 浙江中医杂志, 2016, 51(4): 288-289.
- [6] 张正兵, 蔡俊生, 王素军, 等. 艾叶水提液对二甲苯致炎小鼠的抗炎作用研究[J]. 临床医药文献杂志(电子版), 2017, 4(48): 9318-9319.
- [7] 吴朝霞, 夏天爽, 李琦, 等. 同时蒸馏法提取艾叶挥发油及其抑菌性研究[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(8): 19-22.
- [8] 韩轶, 戴璨, 汤璐璐. 艾叶挥发油抗病毒作用的初步研究[J]. 氨基酸和生物资源, 2005, 27(2): 14-16.
- [9] 袁慧慧, 殷日祥, 陆冬英, 等. 艾叶提取工艺及抗氧化活性的研究[J]. 华东理工大学学报(自然科学版), 2005, 31(6): 768-771.
- [10] Huang HC, Wang HF, Yih KH, et al. Dual Bioactivities of Essential Oil Extracted from the Leaves of *Artemisia argyi* as an Antimelanogenic versus Antioxidant Agent and Chemical Composition Analysis by GC/MS[J]. International Journal of Molecular Sciences, 2012, 13(11): 14679-14697.
- [11] 胡吉清, 夏恒建, 郭双喜, 等. 蕲艾挥发油、总黄酮和鞣质含量测定及最佳采收期确定[J]. 中华中医药杂志, 2016, 4(8): 3013-3016.
- [12] Wan DR. ISO 20759: 2017, Traditional Chinese Medicine — *Artemisia argyi* leaf [S]. Switzerland: International Organization for Standardization, 2017.
- [13] 苏定昌. 干燥方式对银杏叶黄酮含量影响试验[J]. 现代农业科技, 2009(14): 78-79.
- [14] 宋梦璐, 蓝孝浩, 陈潇潇. 三种不同干燥方式对金银花活性成分与抗氧化性的影响[J]. 山东化工, 2017, 46(20): 89-91.
- [15] 朱俊霖, 闫永红, 张学文, 等. 不同干燥方法对黄芩有效成分含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(5): 7-9.
- [16] 何民, 杨守业, 王岚, 等. 大黄九蒸九晒对蒽醌和鞣质含量的影响[J]. 中成药, 1992, 14(12): 19-20.

(收稿日期: 2018-01-10; 修回日期: 2018-04-04)