基于主要活性成分的白子菜叶干燥方式及采收时间研究Δ

武英茹[1,2*]，李媛媛[2]，李　宁[2]，郭丁丁[2]，郭福贵[1]，兰子君[2]，赵琳儒[1,2]，倪　艳[2#]（1.山西中医药大学中药与食品工程学院，太原　030619；2.山西省中医药研究院中药方剂研究所，太原　030012）

中图分类号　R284.1　　**文献标志码**　A　　**文章编号**　1001-0408（2022）12-1442-06
DOI　10.6039/j.issn.1001-0408.2022.12.06

摘　要　目的　测定不同干燥方式及采收时间白子菜叶中主要活性成分的含量，以确定其最优干燥方式及采收时间。**方法**　分别制备不同干燥方式[阴干、晒干、烘干（60、70、80 ℃）、微波干燥、冷冻干燥]和不同采收时间（3～10月）白子菜叶样品，采用热浸法测定其中水溶性浸出物的含量，采用紫外-可见分光光度法测定其中总黄酮和多糖的含量，采用高效液相色谱法测定其中紫云英苷的含量，采用层次分析法进行综合评价。**结果**　阴干、晒干、60 ℃烘干、70 ℃烘干、80 ℃烘干、微波干燥、冷冻干燥所用时间分别为7 d、5 d、8 h、5 h、3.5 h、6 min、1 d，所得白子菜叶中水溶性浸出物的平均含量分别为55.98%、60.78%、52.33%、49.54%、46.87%、59.70%、58.24%，总黄酮分别为3.27%、3.22%、1.99%、1.70%、1.31%、3.92%、2.28%，多糖分别为4.70%、6.09%、6.48%、5.45%、5.74%、5.76%、7.15%，紫云英苷分别为0.48%、0.46%、0.24%、0.23%、0.20%、0.48%、0.29%；微波干燥的综合评分最高，为0.996 3分。3～10月采收样品中水溶性浸出物的平均含量分别为41.50%、40.57%、39.16%、40.65%、40.68%、43.30%、45.19%、40.12%，总黄酮分别为2.24%、2.81%、3.87%、3.92%、3.82%、3.93%、3.66%、3.25%，多糖分别为4.41%、4.61%、4.98%、5.26%、5.75%、5.94%、5.32%、4.47%，紫云英苷分别为0.20%、0.21%、0.25%、0.26%、0.25%、0.24%、0.25%、0.21%；5～9月采收样品的综合评分均超过0.92分，且以8月的综合评分最高（0.988 6分）。**结论**　微波干燥所得白子菜叶的质量较好，5～9月采收较优。

关键词　白子菜叶；干燥方式；采收时间；水溶性浸出物；总黄酮；多糖；紫云英苷；含量测定

Study on drying methods and harvesting time of *Gynura divaricata* leaf based on main active constituents

WU Yingru[1,2], LI Yuanyuan[2], LI Ning[2], GUO Dingding[2], GUO Fugui[1], LAN Zijun[2], ZHAO Linru[1,2], NI Yan[2]（1. Academy of Traditional Chinese Medicine and Food Engineering, Shanxi University of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030619, China; 2. Institute of Chinese Medicine Prescriptions, Shanxi Academy of Chinese Medicine, Taiyuan 030012, China）

ABSTRACT　OBJECTIVE To determine the contents of main active constituents in *Gynura divaricata* leaf with different drying methods and at different harvesting time, so as to confirm the best drying method and harvesting time. **METHODS** *G. divaricata* leaf with different drying methods [drying in the shade, drying in the sun , oven drying (60℃, 70℃, 80℃), microwave drying and freeze drying] and different harvesting time (March to October) were prepared. The content of water-soluble extract was determined by hot dip method. The contents of total flavonoids and polysaccharides were determined by ultraviolet-visible spectrophotometry. The content of astragalin was determined by HPLC. Analytic hierarchy process was used for comprehensive analysis. **RESULTS** The time of drying in the shade, drying in the sun, drying at 60 ℃, drying at 70 ℃, drying at 80 ℃, microwave drying and freeze drying were 7 d, 5 d, 8 h, 5 h, 3.5 h, 6 min and 1 d respectively. The average contents of water-soluble extract in *G. divaricata* leaf were 55.98%, 60.78%, 52.33%, 49.54%, 46.87%, 59.70% and 58.24%; those of total flavonoids were 3.27%, 3.22%, 1.99%, 1.70%, 1.31%, 3.92% and 2.28%; those of polysaccharides were 4.70%, 6.09%, 6.48%, 5.45%, 5.74%, 5.76% and 7.15%; those of astragalin were 0.48%, 0.46%, 0.24%, 0.23%, 0.20%, 0.48%, 0.29%. The comprehensive score of microwave drying was the highest, being 0.996 3. The average contents of water-soluble extract from March to October were 41.50%, 40.57%, 39.16%, 40.65%, 40.68%, 43.30%, 45.19% and 40.12%; those of total flavonoids were 2.24%, 2.81%, 3.87%, 3.92%, 3.82%, 3.93%, 3.66% and 3.25%; those of polysaccharides were 4.41%, 4.61%, 4.98%, 5.26%, 5.75%, 5.94%, 5.32% and 4.47%; those of astragalin were 0.20%, 0.21%, 0.25%, 0.26%, 0.25%, 0.24%, 0.25% and 0.21%, respectively. The comprehensive scores of samples collected from May to September exceeded 0.92, and the comprehensive score in August was the highest (0.988 6). **CONCLUSIONS** Microwave-dried *Gynura divaricata* leaf has the best quality, and the best harvesting time is from May to September.

KEYWORDS　*Gynura divaricata* leaf; drying methods; harvesting time; water-soluble extract; total flavonoids; polysaccharides; astragalin; content determination

Δ 基金项目：山西省卫生健康委员会重点培育实验室建设计划——“四个一批”科技兴医创新计划项目（No.2020SYS09）；山西省中药材、中药饮片地方标准研究项目（No.2012012A）；山西中医药大学中药药理与毒理研究学科建设项目（No.1008Z4）

* 硕士研究生。研究方向：中药制剂与质量分析。E-mail：1925358270@qq.com

通信作者：主任药师，教授，硕士生导师。研究方向：中药化学及药效物质基础。电话：0351-4668028。E-mail：niyan_01@hotmail.com

白子菜 *Gynura divaricata*（L.）DC.为菊科菊三七属多年生草本植物，又名鸡菜、白东枫、大肥牛、白背三七、白子草，主要分布于我国浙江、广东、广西、四川、福建及云南等地。其叶味咸、微辛，性寒[1]，于夏、秋两季采收，晒干或晾干。《中药大辞典（上册）》记载，白子菜能清热、舒筋、止血、祛瘀，可治百日咳、风湿痛、骨折、创伤出血、痈肿疮疖等[1]。现代研究表明，白子菜中主要含有黄酮及黄酮苷类、多糖类、生物碱类、挥发油等化学成分[2]，其中黄酮类和多糖类成分具有降血糖、降尿酸、降血脂、抗氧化等药理作用，是其主要活性成分[3－4]。白子菜现被《福建省中药材标准（2006年版）》收录，但其标准仅有白子菜水分、灰分及总黄酮含量测定项[5]，未见白子菜产地加工的相关描述。产地加工是中药材生产过程中不可缺少的重要环节，可以保障中药材的品质[6]，其相关标准的缺失可能会造成生产过程中有效成分的损失，从而影响药材质量和疗效。

新鲜白子菜叶中水分含量较高（80%～90%），采摘后若不及时干燥或干燥方法不当，则易发生变色或腐烂，从而影响其药用价值和经济价值；此外，对于人工栽培的白子菜，不同的采收时间也可能会影响其质量[7－8]。因此，科学规范的采收应充分考虑药材中有效成分的积累及药材的生长规律。目前，关于白子菜采收时间和干燥方式的研究较少，虽有学者以总黄酮含量为指标对白子菜的采收时间进行了探讨[7]，但除含有黄酮类成分外，多糖类成分也是白子菜的主要活性成分[9]，加之本课题组前期从白子菜50%乙醇提取物中分离得到了紫云英苷，并证实了该成分具有调节血糖、增强免疫力、抗炎、抗氧化等作用[10－12]，故仅以总黄酮为指标进行研究尚不够全面。基于此，本研究采用2020年版《中国药典》（四部）通则“热浸法”测定白子菜叶中的水溶性浸出物，采用紫外-可见分光光度法测定其中总黄酮及多糖的含量，采用高效液相色谱（high performance liquid chromatography，HPLC）法测定其中紫云英苷的含量，并以这些主要活性成分含量为指标，筛选白子菜叶的最优干燥方式及采收时间，旨在为规范其产地加工及控制其质量提供依据。

1　材料

1.1　主要仪器

本研究所用主要仪器有UltiMate 3000型HPLC仪（美国Thermo Fisher Scientific公司），1100型HPLC仪（美国Agilent公司），SE402F型十万分之一电子分析天平[奥豪斯仪器（上海）有限公司]，FW-100型高速万能粉碎机、HH-1型电热恒温水浴锅（北京科伟永兴仪器有限公司），DZF-6050型真空干燥箱（南京沃环科技实业有限公司），U-1901型双光束紫外-可见分光光度计（北京普析通用仪器有限责任公司），LC-300B型数控超声波清洗仪（山东济宁鲁超超声设备有限公司），EG720KG4-NA型微波炉（广东美的微波电器制造有限公司），LGJ-S20型冷冻干燥机（北京四环起航科技有限公司）等。

1.2　主要药品与试剂

D-无水葡萄糖对照品（批号110833-201506，纯度≥99.5%）购自国药集团化学试剂有限公司；芦丁对照品（批号100080-202012，纯度≥91.6%）购自中国食品药品检定研究院；紫云英苷对照品（批号PS011379，纯度≥98.0%）购自成都普思生物科技股份有限公司；硫酸、苯酚、硝酸铝、氢氧化钠、乙腈均为色谱纯，无水乙醇、磷酸均为分析纯，水为超纯水。

8批白子菜叶（高15～20 cm的地上部分，取白子菜叶）分别于不同时间采自山西省运城市稷山县清河镇稷王农业示范园，经山西省中医药研究院倪艳教授鉴定均为菊科菊三七属多年生草本植物白子菜 *G. divaricata*（L.）DC.的叶。8批白子菜样品的来源信息见表1。

表1　8批白子菜叶样品的来源信息

编号	采收时间	批号	类型	编号	采收时间	批号	类型
S1	2021年3月19日	20210319	栽培	S5	2021年7月13日	20210713	栽培
S2	2021年4月21日	20210421	栽培	S6	2021年8月16日	20210816	栽培
S3	2021年5月16日	20210516	栽培	S7	2021年9月10日	20210910	栽培
S4	2021年6月17日	20210617	栽培	S8	2021年10月10日	20211010	栽培

2　方法与结果

2.1　不同干燥方式样品的制备

取白子菜叶样品（编号S1），共7份，每份50 g，洗净、摊晾8 h后，分别经阴干、晒干、烘箱干燥（60、70、80 ℃）、微波干燥及冷冻干燥，均干燥至叶质硬而脆且质量恒定。将干燥后的样品粉碎，过40目筛，备用。不同干燥方式及干燥条件见表2。

表2　不同干燥方式及干燥条件

干燥方式	干燥条件
阴干	单层平铺于托盘中，置于室内通风处
晒干	单层平铺于托盘中，白天置于室外阳光充足处，晚上或雨天置于室内通风处
烘箱干燥	单层平铺于托盘中，分别于60、70、80 ℃烘箱中干燥
微波干燥	单层平铺于托盘中，于600 W下干燥5 min，每分钟取出翻动
冷冻干燥	单层平铺于冻干托盘中，设置冷阱表面温度为－50 ℃，真空度为50 Pa，设置控制程序为－50 ℃维持2 h、－40 ℃维持2 h、－30 ℃维持2 h、－20 ℃维持2 h、－10 ℃维持2 h、0 ℃维持2 h、10 ℃维持2 h、20 ℃维持2 h、30 ℃维持2 h

2.2　不同采收时间样品的制备

取8批白子菜叶样品，每份50 g，洗净、摊晾8 h后，于60 ℃干燥至质量恒定，将干燥后的样品粉碎，过40目筛，备用。

2.3 水溶性浸出物的测定

参考2020年版《中国药典》（四部）通则“2201浸出物测定法”项下“热浸法”测定白子菜叶中的水溶性浸出物[13]：取样品粉末（过50目筛）2 g，精密称定，置于250 mL锥形瓶中，加水50 mL，密塞，称定质量，静置1 h后，连接冷凝回流管，加热至沸腾，并保持微沸1 h后放冷，再次称定质量，用水补足减失的质量，摇匀，滤过，精密量取滤液25 mL，置于干燥至恒定质量的蒸发皿中，水浴蒸干，于105 ℃干燥3 h后，置于干燥器中冷却30 min，迅速精密称定质量，并按下式计算水溶性浸出物含量（%）：水溶性浸出物含量（%）=[(m_2−m_0)×50]/(25×m_1)×100%（式中，m_0为蒸发皿质量，m_1为供试品质量，m_2为干燥后蒸发皿+供试品质量）。每个样品平行测定3次。

2.4 总黄酮含量的测定

采用紫外-可见分光光度法测定白子菜叶中总黄酮（以芦丁计）的含量。

2.4.1 线性关系考察 精密称取芦丁对照品10 mg，加80%乙醇，超声（功率300 W，频率25 kHz，下同）溶解并定容至10 mL，摇匀，即得芦丁质量浓度为1.0 mg/mL的对照品溶液。分别吸取上述对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL，置于25 mL量瓶中，加水至6 mL，加5%亚硝酸钠溶液1 mL，摇匀，静置6 min，加10%硝酸铝溶液1 mL，摇匀，静置6 min，加4%氢氧化钠溶液10 mL，以80%乙醇定容，静置15 min。以80%乙醇为空白对照，使用紫外-可见分光光度计于510 nm波长处测定吸光度[14]。以芦丁对照品的质量浓度为横坐标（X）、吸光度为纵坐标（Y）进行线性回归，得芦丁的回归方程为Y=0.478 5X−0.008 5（R^2=0.999 9），表明芦丁检测质量浓度的线性范围为0.008～0.048 mg/mL。

2.4.2 方法学考察 （1）取上述芦丁对照品溶液0.5 mL，按“2.4.1”项下方法显色后于510 nm波长处连续测定吸光度6次。结果显示，芦丁吸光度的RSD为0.02%（n=6），表明仪器精密度良好。（2）取白子菜叶（编号S1）粉末0.5 g，置于具塞锥形瓶中，加石油醚150 mL，超声30 min，滤过，挥干石油醚，残渣加80%乙醇45 mL，超声30 min，滤过，滤液用80%乙醇定容至50 mL，即得供试品溶液。取上述供试品溶液5.0 mL，置于25 mL量瓶中，按“2.4.1”项下方法显色后，分别在室温下放置0、10、20、30、40、50、60 min时于510 nm波长处测定吸光度。结果显示，芦丁吸光度的RSD为2.41%（n=7），表明供试品溶液于室温下放置60 min内稳定性良好。（3）取上述供试品溶液（编号S1）5.0 mL，共6份，按“2.4.1”项下方法显色后于510 nm波长处测定吸光度并按标准曲线法计算样品含量。结果显示，芦丁含量的RSD为2.83%（n=6），表明方法重复性良好。（4）精密称取白子菜叶（编号S1）0.5 g，共9份，分别精密加入一定量的芦丁对照品溶液，按上述方法制备供试品溶液，再按“2.4.1”项下方法显色后于510 nm波长处测定吸光度并计算加样回收率，结果显示，芦丁的平均加样回收率为103.60%（RSD=2.56%，n=9）。

2.4.3 总黄酮含量测定 精密称取待测白子菜叶粉末0.5 g，按“2.4.2（2）”项下方法制备供试品溶液，再按“2.4.1”项下方法显色后于510 nm波长处测定吸光度并按标准曲线法计算样品含量。每个样品平行测定3次。

2.5 多糖含量的测定

采用紫外-可见分光光度法测定白子菜叶中多糖（以D-无水葡萄糖计）的含量。

2.5.1 线性关系考察 精密称取D-无水葡萄糖对照品10 mg，加80%乙醇，超声溶解并定容至100 mL，摇匀，即得D-无水葡萄糖质量浓度为0.1 mg/mL的对照品溶液。分别吸取上述对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL，置于10 mL试管中，加水至2 mL，加5%苯酚溶液1 mL，摇匀，迅速精密加入浓硫酸5 mL，摇匀，避光静置15 min，取出。以水为空白对照，使用紫外-可见分光光度计于490 nm波长处测定吸光度[14]。以D-无水葡萄糖对照品的质量浓度为横坐标（X）、吸光度为纵坐标（Y）进行线性回归，得D-无水葡萄糖的回归方程为Y=11.458X+0.003（R^2=0.999 6），表明D-无水葡萄糖检测质量浓度的线性范围为0.01～0.05 mg/mL。

2.5.2 方法学考察 （1）取上述D-无水葡萄糖对照品溶液0.4 mL，按“2.5.1”项下方法显色后于490 nm波长处连续测定吸光度6次。结果显示，D-无水葡萄糖吸光度的RSD为0.02%（n=6），表明仪器精密度良好。（2）取白子菜叶（编号S1）粉末0.5 g，置于锥形瓶中，加80%乙醇100 mL，加热回流1 h，趁热滤过，滤渣和滤器经80%乙醇30 mL分3次洗涤后移至烧瓶中，加水150 mL，加热回流2 h，趁热滤过，用少量热水洗涤滤器，合并滤液及洗液，放冷，用水定容至250 mL，即得供试品溶液。取上述供试品溶液0.5 mL，置于具塞试管中，按“2.5.1”项下方法显色后，分别在室温下放置0、10、20、30、40、50、60 min时于490 nm波长处测定吸光度。结果显示，D-无水葡萄糖吸光度的RSD为2.98%（n=7），表明供试品溶液于室温下放置60 min内稳定性良好。（3）取上述供试品溶液（编号S1）0.5 mL，共6份，按“2.5.1”项下方法显色后于490 nm波长处测定吸光度并按标准曲线法计算样品含量。结果显示，D-无水葡萄糖含量的RSD为3.59%（n=6），表明方法重复性良好。（4）精密称取白子菜叶（编号S1）0.5 g，共9份，分别精密加入一定量的D-无水

葡萄糖对照品溶液，按上述方法制备供试品溶液，再按“2.5.1”项下方法显色后于490 nm波长处测定吸光度并计算加样回收率。结果显示，D-无水葡萄糖的平均加样回收率为98.57%（RSD=1.66%，n=9）。

2.5.3　多糖含量测定　精密称取待测白子菜叶粉末0.5 g，按“2.5.2(2)”项下方法制备供试品溶液，再按“2.5.1”项下方法显色后于490 nm波长处测定吸光度并按标准曲线法计算样品含量。每个样品平行测定3次。

2.6　紫云英苷含量的测定

采用HPLC法测定白子菜叶中紫云英苷的含量。

2.6.1　色谱条件　以Diamonsil C_{18}(2)（4.6 mm×250 mm，5 μm）为色谱柱，以乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相进行梯度洗脱（0～6.0 min，10%A→17%A；6.0～7.5 min，17%A→27%A；7.5～11.0 min，27%A→90%A；11.0～15.0 min，90%A→17%A）；流速为1.0 mL/min；检测波长为348 nm；柱温为35 ℃；进样量为10 μL。

2.6.2　溶液的制备　(1)精密称取紫云英苷对照品5 mg，置于5 mL量瓶中，加甲醇溶解并定容，摇匀，精密移取0.8 mL，用甲醇定容至10 mL，制成紫云英苷质量浓度为0.08 mg/mL的对照品溶液。(2)取白子菜叶粉末1.0 g，精密称定，置于锥形瓶中，加50%乙醇20 mL，称定质量，超声提取30 min，冷却至室温，再次称定质量，用50%乙醇补足减失的质量，经0.45 μm滤膜滤过，取滤液，即得供试品溶液。(3)以50%乙醇为空白对照溶液。

2.6.3　系统适用性试验　精密吸取上述对照品溶液、供试品溶液和空白对照溶液，按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录色谱图，详见图1。由图1可知，紫云英苷的分离度大于1.5，理论板数按紫云英苷峰计均大于2 500，空白对照溶液对测定无干扰。

2.6.4　线性关系考察　精密吸取“2.6.2(1)”项下对照品溶液1、2、5、10、15、20 μL，按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。以紫云英苷对照品的进样量为横坐标（X）、峰面积为纵坐标（Y）进行线性回归，得紫云英苷的回归方程为Y=35.266X−0.087（R^2=0.999 8），表明紫云英苷检测进样量的线性范围为0.08～1.60 μg。

2.6.5　方法学考察　(1)精密吸取“2.6.2(1)”项下对照品溶液10 μL，按“2.6.1”项下色谱条件连续进样测定6次，记录峰面积。结果显示，紫云英苷峰面积的RSD为0.59%（n=6），表明仪器精密度良好。(2)精密吸取“2.6.2(2)”项下供试品溶液（编号S1），分别于室温下放置0、2、4、6、8、12、24 h时按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果显示，紫云英苷峰面积的RSD为1.76%（n=7），表明供试品溶液于室温下放置24 h内稳定性良好。(3)精密称取白子菜叶（编号S1）1.0 g，共6份，按“2.6.2(2)”项下方法制备供试品溶液，再按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积并按标准曲线法计算样品含量。结果显示，紫云英苷含量的RSD为3.60%（n=6），表明方法重复性良好。(4)精密称取白子菜叶（编号S1）1.0 g，共9份，分别精密加入一定量的紫云英苷对照品溶液，按“2.6.2(2)”项下方法制备供试品溶液，再按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积并计算加样回收率。结果显示，紫云英苷的平均加样回收率为104.65%（RSD=6.91%，n=9）。

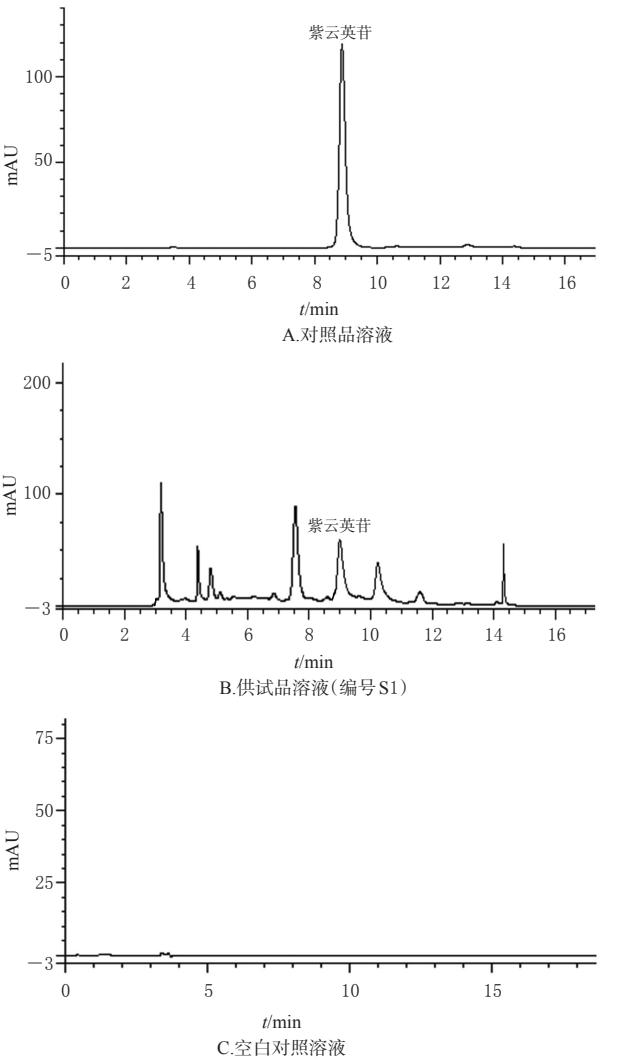


图1　紫云英苷对照品、供试品、空白对照溶液的HPLC图

2.6.6　紫云英苷含量测定　精密称取待测白子菜叶样品粉末1.0 g，按“2.6.2(2)”项下方法制备供试品溶液，再按“2.6.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积并按标准曲线法计算样品含量。每个样品平行测定3次。

2.7　综合评分的计算

采用层次分析法进行综合评价。本研究构建的两两比较矩阵中，多糖、总黄酮、紫云英苷是发挥临床作用的物质基础，其重要性高于水溶性浸出物；多糖、黄酮类成分的抗氧化、抗炎、增强免疫等作用与白子菜具有的清热凉血、活血止痛功效契合，且总黄酮的作用强于多

糖；紫云英苷具有的降血糖、降血脂作用与白子菜的药理作用相对应[15]。故总黄酮、多糖、紫云英苷及水溶性浸出物含量的相对重要性分别记1、3、5、7分，矩阵结果见表3。

表3　各评价指标的矩阵结果

评价指标	总黄酮含量	多糖含量	紫云英苷含量	水溶性浸出物含量
总黄酮含量	1	3	5	7
多糖含量	1/3	1	3	5
紫云英苷含量	1/5	1/3	1	3
水溶性浸出物含量	1/7	1/5	1/3	1

首先，按上述层次分析法计算各指标成分的权重系数及随机一致性比率（consistency ratio，CR）：CR＝CI/RI[式中，CI（consistency index）为一致性指标，RI（random consistency index）为随机一致性指标]。若CR＜0.1，表示矩阵具有满意的一致性，且权重计算正确[15]。

随后，按下式计算综合评分：综合评分$=\frac{e}{E}\times A+\frac{f}{F}\times B+\frac{g}{G}\times C+\frac{h}{H}\times D$（式中，$e$、$f$、$g$、$h$分别表示各干燥方式、采收时间下总黄酮、多糖、紫云英苷、水溶性浸出物含量；E、F、G、H分别表示所有干燥方式、采收时间下总黄酮、多糖、紫云英苷、水溶性浸出物含量的最高值；A、B、C、D分别表示总黄酮、多糖、紫云英苷、水溶性浸出物含量的权重系数）；综合评分越高，表示药材质量越好[16]。

2.8　不同干燥方式对白子菜叶质量的影响

按“2.1”项下方法制备不同干燥方式的白子菜叶样品，记录干燥时间并观察其外观性状，分别按“2.3”“2.4.3”“2.5.3”“2.6.6”项下方法测定样品中水溶性浸出物、总黄酮、多糖、紫云英苷的含量，并按“2.7”项下方法进行综合评价。采用Excel 2010软件录入数据，利用SPSS 23.0软件进行方差分析（下同）。

2.8.1　干燥时间及外观性状　干燥时间以微波干燥最短，其次为80 ℃烘干，最长为阴干。阴干、微波干燥及冷冻干燥所得白子菜叶均呈深浅不同的绿色，而烘干所得白子菜叶的颜色较深；冷冻干燥所得白子菜叶的叶片平展，最接近鲜叶片，其余干燥方式所得白子菜叶的叶片均存在不同程度皱缩；80 ℃烘干及微波干燥所得白子菜叶有一定香气且具咸味。结果见表4。

表4　不同干燥方式白子菜叶样品的性状特点

干燥方式	干燥时间	主要性状
阴干	7 d	表面绿色，稍带黄褐色，叶片皱缩，质脆，气微，味咸
晒干	5 d	表面灰绿色，边缘棕黄色，叶片皱缩，质脆，气微，味咸
60 ℃烘干	8 h	表面黄绿色，叶片皱缩明显，质脆，气微，味咸
70 ℃烘干	5 h	表面黄褐色，叶片皱缩明显，质脆，气微，味咸
80 ℃烘干	3.5 h	表面焦褐色，叶片皱缩明显，质脆，气香，味咸
微波干燥	6 min	表面深绿色，叶片皱缩，质脆，气香，味咸
冷冻干燥	1 d	表面淡绿色，叶片平展，质硬，气微，味咸

2.8.2　含量测定结果　水溶性浸出物含量以晒干、微波干燥、冷冻干燥相对较高且3种方式无明显差异，80 ℃烘干最低；总黄酮含量以微波干燥最高，80 ℃烘干最低，且微波干燥明显高于其他干燥方式；多糖含量以冷冻干燥最高，阴干最低，而冷冻干燥与其他5种干燥方式（除阴干外）比较均无明显差异；紫云英苷含量以阴干和微波干燥较高，80 ℃烘干最低，且阴干和微波干燥显著高于其他干燥方式。结果见表5。

表5　不同干燥方式白子菜叶中主要化学成分的含量结果（$\bar{x}\pm s$，n＝3，%）

干燥方式	水溶性浸出物	总黄酮	多糖	紫云英苷
阴干	55.98±0.07	3.27±0.08	4.70±0.10	0.48±0.01
晒干	60.78±0.08	3.22±0.09	6.09±0.03	0.46±0.02
60 ℃烘干	52.33±0.04	1.99±0.14	6.48±0.02	0.24±0.03
70 ℃烘干	49.54±0.88	1.70±0.07	5.45±0.03	0.23±0.02
80 ℃烘干	46.87±0.92	1.31±0.02	5.74±0.03	0.20±0.01
微波干燥	59.70±0.37	3.92±0.11	5.76±0.03	0.48±0.02
冷冻干燥	58.24±0.45	2.28±0.07	7.15±0.08	0.29±0.04

2.8.3　综合评价　按“2.7”项下方法计算得CR为0.043 8（＜0.1），总黄酮、多糖、紫云英苷、水溶性浸出物含量的权重系数分别为0.563 8、0.263 4、0.117 8、0.055 0。阴干、晒干、60 ℃烘干、70 ℃烘干、80 ℃烘干、微波干燥、冷冻干燥的综合评分分别为0.811 8、0.855 8、0.629 5、0.546 1、0.492 8、0.996 3、0.665 4分，提示微波干燥所得白子菜叶的质量较好。

2.9　不同采收时间对白子菜叶质量的影响

按“2.2”项下方法制备不同采收时间的白子菜叶样品，分别按“2.3”“2.4.3”“2.5.3”“2.6.6”项下方法测定样品中水溶性浸出物、总黄酮、多糖、紫云英苷的含量，按“2.7”项下方法进行综合评价。

2.9.1　含量测定结果　水溶性浸出物含量由高到低依次为9月＞8月＞3月＞7月＞6月＞4月＞10月＞5月，总黄酮含量为8月＞6月＞5月＞7月＞9月＞10月＞4月＞3月，多糖含量为8月＞7月＞9月＞6月＞5月＞4月＞10月＞3月，紫云英苷含量为6月＞5月≈7月≈9月＞8月＞4月≈10月＞3月。结果见表6。

表6　不同采收时间白子菜叶中主要化学成分的含量结果（$\bar{x}\pm s$，n＝3，%）

编号	采收时间	水溶性浸出物	总黄酮	多糖	紫云英苷
S1	2021年3月19日	41.50±0.95	2.24±0.01	4.41±0.06	0.20±0.07
S2	2021年4月21日	40.57±1.26	2.81±0.10	4.61±0.05	0.21±0.04
S3	2021年5月16日	39.16±0.67	3.87±0.03	4.98±0.01	0.25±0.22
S4	2021年6月17日	40.65±0.96	3.92±0.05	5.26±0.01	0.26±0.17
S5	2021年7月13日	40.68±0.73	3.82±0.05	5.75±0.17	0.25±0.28
S6	2021年8月16日	43.30±0.77	3.93±0.05	5.94±0.02	0.24±0.15
S7	2021年9月10日	45.19±0.93	3.66±0.05	5.32±0.12	0.25±0.09
S8	2021年10月10日	40.12±0.59	3.25±0.02	4.47±0.04	0.21±0.06

2.9.2　综合评价　按“2.7”项下方法计算得CR为0.043 8（＜0.1），总黄酮、多糖、紫云英苷、水溶性浸出物含量的

权重系数分别为0.563 8、0.263 4、0.117 8、0.055 0。3～10月样品的综合评分分别为0.658 0、0.752 1、0.937 0、0.962 9、0.965 8、0.988 6、0.929 2、0.808 4分，提示5～9月采收的白子菜叶质量较好。

3 讨论

3.1 实验条件的优化

本课题组前期参考2020年版《中国药典》(一部)[14]，分别考察了甲醇、30%乙醇、40%乙醇、50%乙醇、60%乙醇、70%乙醇、80%乙醇等不同提取溶剂及超声、回流提取对白子菜叶中总黄酮提取率的影响，结果显示，当以80%乙醇超声提取时，总黄酮的提取率较高。同时，本课题组参考2020年版《中国药典》(一部)[14]，对多糖的提取时间进行了考察，结果显示，回流3 h的多糖提取率较高。此外，本课题组还分别考察了不同色谱柱[Agilent Poroshell SB-C_{18}(100 mm×2.1 mm，2.7 μm)、Diamonsil C_{18}(2)(4.6 mm×250 mm，5 μm)]及不同流动相(乙腈-0.1%磷酸溶液、甲醇-0.1%磷酸溶液)，结果显示，以Diamonsil C_{18}(2)为色谱柱、乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相进行梯度洗脱时，所得色谱峰峰形较好，且待测成分峰周围无杂峰干扰。

3.2 含量测定结果分析

有研究发现，白子菜的水提取物及乙醇提取物具有显著的降血糖作用[3]。总黄酮及多糖是白子菜降血糖、降血脂的主要活性成分[3,17]。本研究结果显示，微波干燥所得白子菜叶中水溶性浸出物、总黄酮、多糖及紫云英苷的含量均较高，且微波干燥的时间显著短于其他干燥方式；80 ℃烘干所得各成分含量变化有所不同；综合评价结果显示，微波干燥所得白子菜叶的综合评分(0.996 3分)最高，表明此法所得白子菜叶样品质量较好，这与微波干燥有利于保存多糖类、黄酮及黄酮苷类成分的结论一致[18]。8月采收的白子菜叶中总黄酮、多糖及紫云英苷的含量均较高，3月采收的白子菜叶中各成分含量均较低，提示不同采收时间样品中各成分含量存在差异；综合评价结果显示，8月采收白子菜叶的综合评分(0.988 6分)最高，除3、4、10月外，其余采收时间白子菜叶的综合评分均大于0.90分，这与白子菜中总黄酮含量以5～9月较高一致。

综上所述，微波干燥所得白子菜叶的质量较好，5～9月采收较优。

参考文献

[1] 江苏新医学院.中药大辞典：上册[M].上海：上海科学技术出版社，1986：893-896.

[2] 周蓉.白子菜的生药鉴定及其有效成分的测定研究[D].南宁：广西中医药大学，2010.

[3] 胡勇，李维林，林厚文，等.白背三七地上部分降血糖作用研究[J].西南林学院学报，2007，27(1)：55-58.

[4] 马正东，陈磊，宋洪涛，等.白背三七水提取物对2型糖尿病大鼠的降血糖作用及其机制[J].中草药，2010，41(4)：623-626.

[5] 福建省食品药品监督管理局.福建省中药材标准：2006年版[S].福州：海风出版社，2006：70-74.

[6] 刘磊，杨大宇，张晓燕，等.中药材产地加工研究现状及现代研究特点探讨[J].时珍国医国药，2021，32(12)：2956-2958.

[7] 覃兰琼，陈磊，周欣，等.白背三七总黄酮含量季节性变化规律研究[J].中国药师，2011，14(2)：157-159.

[8] 吴菊兰，李维林，汪洪江，等.红凤菜和白子菜总黄酮含量的动态变化[J].植物资源与环境学报，2009，18(4)：79-81.

[9] 姜曼花.白背三七多糖及黄酮的提取测定与降血糖作用研究[D].长沙：湖南师范大学，2009.

[10] 聂龙，彭磊，李钰芳，等.紫云英苷生物活性及其机制的研究进展[J].热带农业科学，2020，40(6)：64-70.

[11] 聂龙，彭磊，张皓，等.紫云英苷对LPS诱发的大鼠小肠上皮细胞(IEC-6)的抗炎作用[J].现代食品科技，2020，36(6)：17-23.

[12] 宋玲，付琼.紫云英苷通过抑制HIF-1α诱导的糖酵解途径发挥抗卵巢肿细胞作用的研究[J].实用肿瘤学杂志，2018，32(6)：503-509.

[13] 国家药典委员会.中华人民共和国药典：四部[S].2020年版.北京：中国医药科技出版社，2020：232-233.

[14] 国家药典委员会.中华人民共和国药典：一部[S].2020年版.北京：中国医药科技出版社，2020：260-370.

[15] 徐荣，江维克，周涛，等.不同加工干燥方法对太子参药材品质的影响[J].中药材，2018，41(12)：2802-2806.

[16] 任爱农，卢爱玲，田耀洲，等.层次分析法用于中药复方提取工艺的多指标权重研究[J].中国中药杂志，2008，33(4)：372-374.

[17] 翁立冬，陈育尧，张璐，等.白子菜总黄酮对实验性高脂血症大鼠血脂及肝脏的影响作用研究[J].首都公共卫生，2016，10(5)：226-229.

[18] 肖苏萍，何春年，曾燕，等.干燥方法与采收期对黄芩花中黄酮类化学成分的影响[J].中国现代中药，2013，15(11)：975-980.

(收稿日期：2022-02-14　修回日期：2022-04-29)

(编辑：陈　宏)