

成明超,李丹霞,王康才,等. 5 个药用菊花品种类型主要化学成分的动态累积[J]. 江苏农业科学,2014,42(1):213-215.

5 个药用菊花品种类型主要化学成分的动态累积

成明超², 李丹霞¹, 王康才¹, 李淑艳², 郭庆海³, 陈志祥⁴

(1. 南京农业大学园艺学院,江苏南京 210095; 2. 江苏省滨海县农业科学研究所,江苏滨海 224500;

3. 江苏省滨海县植保植检站,江苏滨海 224500; 4. 江苏省射阳县盛大药材有限公司,江苏射阳 224300)

摘要:研究药用菊花红心 13 号、NJK-2、优单 6 号、似贡 2 号、大花 6 号等品种类型木犀草苷、绿原酸、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸、挥发油、多糖等成分在花期的动态累积过程,为药用菊花最佳采收期的确定提供依据。采用高效液相色谱法(HPLC)测定杭白菊 5 个品种类型花序 6 个开放程度的木犀草苷含量、绿原酸含量、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸含量,采用蒸馏法测定挥发油含量,采用分光光度法测定菊花多糖含量。结果表明,除似贡 2 号外,其余品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最大值均出现于 80% 开放,即药用菊花普遍采收时期;而似贡 2 号绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最大值出现于胎菊时期。5 个品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最小值都出现在 100% 开放时;多糖和挥发油的含量则不同品种有较大差异,但总体呈现随着开放程度增加而逐步下降的趋势。

关键词:药用菊花;花期;木犀草苷;绿原酸;3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸;菊花多糖;挥发油;动态累积

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)01-0213-03

药用菊花为菊科菊属植物菊(*Chrysanthemum morifolium* Ramat.)的干燥头状花序,药茶兼用,具有散风清热、平肝明目、清热解毒的功效^[1],含有挥发油、黄酮类、绿原酸、多糖、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸等多种成分。《中华人民共和国药典·一部》(2010 年版)以绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸作为质量标准中的指标成分,并以高效液相色谱法测定其含量^[1]。目前,对药用菊花的研究主要集中于化学成分、药理以及产地之间的鉴别等方面,对同一产地不同品种类型药用菊花产品器官主要化学成分指标累积动态规律的报道较少。本研究在前期研究的基础上,以杭白菊 5 个品种类型为材料,研究其不同开放程度的花序中挥发油、黄酮类、绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸、多糖的积累动态,以期为杭白菊最佳采收期的确定、综合开发利用、质量评价等提供技术依据。

1 材料与方法

1.1 材料

红心 13 号、NJK-2、优单 6 号、似贡 2 号、大花 6 号等材料为笔者所在课题组前期研究过程中选育的杭白菊(*Chrysanthemum morifolium* ‘Hangbaiju’)品种类型,经南京农业大学园艺学院中药材科学系王康才教授鉴定。每个栽培类型按花序不同开放程度(表 1)分 5 次采摘。采收后 12 h 内将花

序置于烘箱 105 ℃ 杀青 3 min,之后 60 ℃ 烘干至恒重,打粉过 100 目筛,置于干燥器中备用。

表 1 药用菊花花序开放程度标准

编号	花序开放程度	植物学性状
1	未开放	舌状花、管状花都未开放,蕾期
2	20% 开放	舌状花开放 10%,管状花未开放,胎菊期
3	40% 开放	舌状花开放 30%,管状花开放 10%
4	60% 开放	舌状花开放 50%,管状花开放 30%
5	80% 开放	舌状花开放 70%,管状花开放 50%,盛花期
6	100% 开放	舌状花、管状花都全部开放

1.2 方法

1.2.1 绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁酸的含量测定 依照《中华人民共和国药典》(2010 版)的方法。

1.2.2 总黄酮含量测定 标准溶液的制备:精确称取芸香苷标准品 22.0 mg,用 30% 乙醇溶解,并转入 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀即得浓度为 0.44 mg/mL 的标准溶液。

供试品溶液的制备:精确称取过 60 目筛的样品粉末约 1 g,加入 70% 乙醇 20 mL,称重,于 60 ℃ 条件下超声提取 30 min,称重,补足重量,离心,取上清液作供试品。准确移取 2 mL 供试品溶液,加入 5% NaNO₂ 溶液 0.3 mL,振荡摇匀,放置 6 min;加入 10% Al(NO₃)₃ 溶液 0.3 mL,振荡摇匀,放置 6 min;加入 4% NaOH 溶液 4 mL,用 30% 乙醇定容至 10 mL,摇匀,放置 15 min,测定总黄酮含量。

1.2.3 挥发油含量测定 精确称取一定粉碎度的菊花 100 g,置于 2 000 mL 圆底烧瓶中浸泡 10 h。参照《中华人民共和国药典·一部》(2010 年版)附录 XD 并作改进,加一定量饱和氯化钠溶液与数粒玻璃珠,振摇混合后,连接挥发油测定器与回流冷凝管,自冷凝管上端加水至充满挥发油测定器的刻度部分并溢流入烧瓶时为止;再从冷凝管上端加入 2 mL 石油醚,将烧瓶置于电热套中加热至沸,调温并保持微沸,连续提取 13 h 后停止加热,放置片刻,开启测定器下端活塞将水缓

收稿日期:2013-05-27

基金项目:江苏省科技支撑计划(编号:BE2012353);苏北科技发展规划(编号:BN2012081)。

作者简介:成明超(1962—),男,江苏滨海人,高级农艺师,主要从事农作物新品种新技术推广、农产品安全检测、农业机械推广等农业相关工作。E-mail:bhxgqh@163.com。

通信作者:王康才,博士,教授,硕士生导师,主要从事中药材资源的开发利用。E-mail:njwkc2002@126.com。

缓放出;收集挥发油,无水硫酸钠脱水,50 ℃ 水浴 3 h 挥去石油醚,得到淡黄色挥发油,精确称重,计算提取率。

挥发油提取率 = 菊花中挥发油含量 / 菊花重量 × 100%

1.2.4 菊花多糖的测定 换算因素的测定:称取过 60 目筛的菊花粉末 10 g,用 60 mL 石油醚(60~90 ℃ 沸程)在 70 ℃ 下回流脱脂 2 次,每次 1 h,除去单糖和低聚糖;将残渣加 80 mL 水 90 ℃ 水浴提取 2 次,合并提取液,浓缩至 150 mL,加适量活性炭(约 1%)脱色,过滤;滤液加 5 倍体积 95% 乙醇,静置后抽滤,沉淀以 100 mL 水溶解,重复沉淀 1 次;沉淀以 95% 乙醇、无水乙醇、丙酮、乙醚多次洗涤,60 ℃ 干燥,得菊花多糖。称取菊花多糖 50.0 mg,置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀作储备液。精确吸取储备液 0.5 mL,加水至 2 mL,按与测定标准曲线同样的方法测定吸光度,并按 $f = m / (C \times D)$ 计算换算因素。式中, m 为多糖重量(μg); C 为多糖液中葡萄糖浓度($\mu\text{g/mL}$), D 为多糖稀释倍数。

样品测定:精确称取样品粉末 0.2 g,用 80% 乙醇浸泡过夜,再于索氏提取器中用 80% 乙醇回流 2 h,残渣挥去溶剂后继续用水回流 2 h,反复洗至 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀成

为样品液。测定时精确吸取样品液 2.0 mL,按测定标准曲线的方法测其吸光度,按回归方程求出供试液中葡萄糖含量,再按下式计算样品中多糖含量。多糖含量 = $(C \times D \times f) / m \times 100\%$ 。式中: C 为样品液中葡萄糖的浓度($\mu\text{g/mL}$), D 为稀释倍数, f 为换算因素, m 为样品质量(μg)。

2 结果与分析

2.1 5 个杭白菊品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量累积规律

由表 2 可知,5 个杭白菊品种类型不同开放程度绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量差异显著。除似贡 2 号外,其余品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最大值均出现于盛花期,即药用菊花普遍采收时期;而似贡 2 号绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最大值出现于胎菊期。5 个品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量最小值,都出现在时期 6(100% 开放),说明过晚采收会影响菊花化学成分含量。

表 2 5 个杭白菊品种类型不同开放程度绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量

样品名称	成分	不同开放程度主要化学成分含量(%)					
		1	2	3	4	5	6
大花 6 号	绿原酸	3.51 ± 0.99d	4.83 ± 0.73c	5.56 ± 1.11b	5.78 ± 0.29a	5.94 ± 0.95a	3.10 ± 0.16e
	木犀草苷	1.31 ± 0.28d	1.38 ± 0.78d	1.56 ± 0.46c	1.75 ± 0.52b	1.96 ± 0.86a	1.09 ± 0.27e
	3,3,5- <i>O</i> -双咖啡酰基奎宁酸	5.46 ± 0.85d	6.59 ± 0.79c	7.09 ± 0.60b	7.14 ± 0.79b	8.32 ± 0.14a	4.98 ± 0.46e
	总黄酮	5.32 ± 0.71e	8.64 ± 0.65d	9.19 ± 0.55c	10.21 ± 0.59b	15.6 ± 0.53a	3.80 ± 0.66f
红心 13 号	绿原酸	2.41 ± 0.78e	2.86 ± 0.83d	3.43 ± 0.97c	5.36 ± 0.63b	8.35 ± 0.87a	2.18 ± 0.57f
	木犀草苷	0.84 ± 0.44d	1.09 ± 0.30c	1.28 ± 0.57b	1.27 ± 0.85b	1.67 ± 0.83a	0.66 ± 0.91e
	3,3,5- <i>O</i> -双咖啡酰基奎宁酸	3.79 ± 0.90c	3.03 ± 0.47d	3.63 ± 0.61c	4.59 ± 0.62b	5.06 ± 0.83a	2.10 ± 0.21e
	总黄酮	3.39 ± 0.49d	3.38 ± 0.38d	4.97 ± 0.48c	5.38 ± 0.49b	5.87 ± 0.83a	2.48 ± 0.59e
NJK-2	绿原酸	1.38 ± 0.51d	1.53 ± 0.84d	1.69 ± 0.88c	2.09 ± 1.10b	2.83 ± 0.73a	0.94 ± 1.01e
	木犀草苷	1.10 ± 1.24de	1.22 ± 0.44cd	1.31 ± 0.28bc	1.47 ± 0.47b	1.68 ± 0.65a	1.03 ± 0.52e
	3,3,5- <i>O</i> -双咖啡酰基奎宁酸	1.62 ± 0.96e	1.99 ± 0.96d	2.41 ± 0.40c	2.80 ± 0.88b	4.18 ± 0.42a	1.38 ± 0.92f
	总黄酮	2.85 ± 0.11e	3.20 ± 0.75d	8.10 ± 0.82c	9.57 ± 0.83b	9.80 ± 0.49a	2.63 ± 0.55f
似贡 2 号	绿原酸	2.84 ± 0.36c	4.94 ± 0.95a	3.25 ± 0.93b	3.08 ± 0.68b	2.16 ± 0.99d	1.70 ± 0.19e
	木犀草苷	0.95 ± 0.51d	2.05 ± 0.90a	1.48 ± 1.02b	1.33 ± 0.53bc	1.26 ± 0.97c	0.74 ± 0.66e
	3,3,5- <i>O</i> -双咖啡酰基奎宁酸	3.94 ± 0.76d	7.65 ± 0.94a	5.47 ± 0.43b	4.19 ± 0.83c	3.37 ± 0.86e	2.17 ± 0.61f
	总黄酮	2.32 ± 0.49e	5.48 ± 0.61a	5.28 ± 0.45b	4.18 ± 0.61c	3.95 ± 0.49d	1.69 ± 0.63f
优单 6 号	绿原酸	2.46 ± 0.93d	2.54 ± 0.96cd	2.71 ± 0.72bc	2.84 ± 0.86b	3.26 ± 0.99a	1.64 ± 0.46e
	木犀草苷	0.89 ± 0.91d	1.00 ± 0.37cd	1.12 ± 0.14c	1.30 ± 0.37b	1.68 ± 0.43a	0.50 ± 0.85e
	3,3,5- <i>O</i> -双咖啡酰基奎宁酸	1.48 ± 0.83d	1.43 ± 1.03d	1.90 ± 0.66c	3.98 ± 0.48b	6.20 ± 0.29a	0.82 ± 0.59e
	总黄酮	4.08 ± 0.80e	4.37 ± 0.92d	4.52 ± 0.56c	5.21 ± 0.67b	5.45 ± 0.77a	3.89 ± 0.64f

注:同行数据后不同小写字母表示差异显著($P < 0.05$)。

2.2 5 个杭白菊品种类型挥发油及菊花多糖积累规律

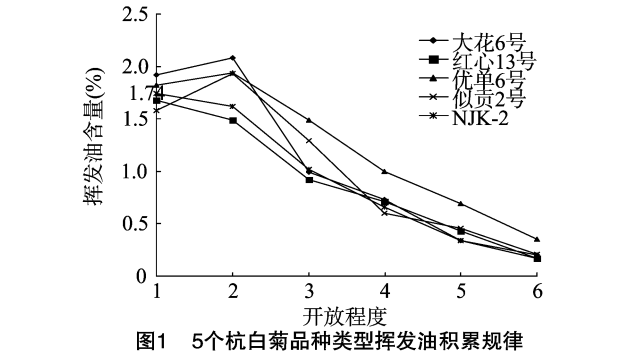
由图 1 可知,5 个杭白菊品种类型挥发油的积累除红心

13 号和 NJK-2 外均呈现先升高后降低的趋势并于胎菊期(时期 2)达到峰值。不同品种类型间挥发油含量存在差异,胎菊期大花 6 号挥发油含量较其他品种类型有一定优势。

由图 2 可知,除优单 6 号、大花 6 号菊花多糖含量于蕾期(时期 1)达到最高外,其他品种类型菊花多糖的积累均在胎菊期(时期 2)达到峰值,呈“7”形;不同品种类型间菊花多糖含量存在差异,其中似贡 2 号胎菊期(时期 2)多糖含量较其他品种类型有较明显的优势。

3 结论与讨论

虽然药用菊花高度杂合,其主要化学成分积累呈现较大不同,但不同品种类型菊花各项化学成分积累动态仍呈现一定的规律:大多数品种类型绿原酸、木犀草苷、3,5-*O*-双咖



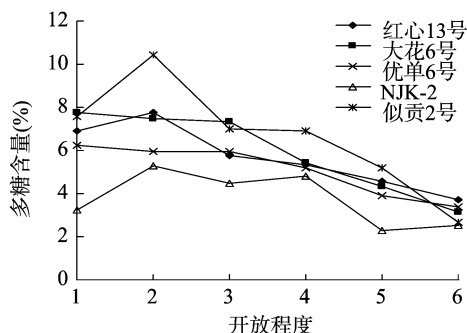


图2 5个杭白菊品种类型多糖积累规律

啡酰基奎宁、总黄酮的含量呈先上升后下降的趋势,自蕾期开始逐渐增加,到 80% 开放程度时达到最高点,随后降低。似贡 2 号中绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁、总黄酮的含量胎菊期最高,之后随着花器官开放而降低。绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁为药典规定成分,黄酮类物质为药用菊花品质评判的重要依据,因此在 80% 开放时采收,可以使药用菊花中绿原酸、木犀草苷、3,5-O-双咖啡酰基奎宁、总黄酮达到最佳利用效力。

5 个药用菊花品种类型挥发油的积累除红心 13 号和 NJK-2 外均呈现先升高后降低的趋势并于胎菊期(时期 2)达到峰值,多糖含量除优单 6 号、大花 6 号在蕾期(时期 1)达到最高外,其他品种类型菊花多糖的积累均在胎菊期(时期 2)达到峰值。大花 6 号多糖积累和似贡 2 号挥发油积累表现出一致性,均呈现先升高后降低的趋势并于胎菊期(时期 2)达到最大值。多糖和挥发油为影响茶用菊花口感的重要因素。本试验中所有品种类型多糖、挥发油的最大值均出现于胎菊期或蕾期。因此,药用菊花于胎菊期或蕾期采收口感较佳,但是考虑到药用菊花药典的规定,以胎菊期采收较适宜。

因药用菊花与茶用菊花在品质要求上有所不同,本试验

(上接第 159 页)

菌对大肠杆菌有很好的抑制作用,能有效防治大肠杆菌引起的腹泻。大肠杆菌属于条件致病菌,当基数较小时,遇到气候、环境等外界因素改变时,发生大量繁殖的概率大大减少,从源头上减少了腹泻发生的可能性。

参考文献:

- [1]郭东东,黄秉仁. EGF 结构与功能研究[J]. 医学研究通讯, 2002,31(5):24-26.
- [2]Basuroy S, Sheth P, Mansbach C M. Acetaldehyde disrupts tight junction and adherens junctions in human colonic mucosa: protection by EGF and Igiutamine[J]. Am J Physiol Gastrointest Liver Physiol, 2005,289(2):367-375.
- [3]赖俊豪,王俊义,张国祥. 表皮生长因子对全胃肠外营养大鼠肠道细菌易位的影响及其机制[J]. 中华创伤杂志,1999,15(2):133-135.
- [4]黄晶晶,刘玉兰. 表皮生长因子对胃肠道的作用[J]. 饲料研究, 2005(12):14-16.
- [5]吴金节,章孝荣,王勇,等. 复方中药制剂防治仔猪早期断奶应激综合症的研究[J]. 安徽农业科学,2001,29(2):236-238.

结果显示不同品种类型菊花各项化学成分积累动态有一定差异,茶用菊花与药用菊花品质要求及分别于何时采收品质最佳的不同仍需要进一步研究。

本试验所得的主要化学成分含量随花朵开放程度变化的规律与前人的研究结果不同。胡碧波等研究发现杭白菊木犀草苷含量采摘初期变化不明显,采摘后期呈下降趋势^[2]。杨俊等研究发现杭白菊绿原酸含量在整个采摘周期中无明显变化^[3]。蒲婧哲等研究发现 5 个杭菊栽培品种均在花朵 70% 开放期时绿原酸含量达到最高^[4]。孙淑芳等研究发现杭白菊 4 个主栽品种绿原酸含量在花蕾期最高,胎菊期次之;木犀草苷含量胎菊期最高,幼菊期次之^[5]。盛蒂等研究发现红心白菊绿原酸含量在 40% 花朵开放程度时最高^[6]。这些差异可能是由品种、生长环境、采收时间、加工方法、测定方法等因素造成的。虽然大多药菊品种的成分累积呈现一定的规律性,胎菊期是较为合适的采收期,但是药用菊花品种繁杂,针对不同品种的最适采收期仍需做进一步研究。

参考文献:

- [1]中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:化学工业出版社,2010.
- [2]胡碧波,蒋惠娣,杨俊,等. HPLC 法测定不同采收期杭白菊中木犀草素及其苷的含量[J]. 浙江大学学报:医学版,2004,33(1):29-32.
- [3]杨俊,蒋惠娣,戈震,等. 杭白菊绿原酸及其他成分的含量在采摘期中的动态变化[J]. 中国药学杂志,2003,38(11):833-836.
- [4]蒲婧哲,张青云. 杭菊中绿原酸含量花期动态积累研究[J]. 安徽医药,2007,11(6):522-523.
- [5]孙淑芳,沈学根,张新风,等. 采收期对杭白菊 4 个主栽品种功效成分的影响[J]. 中国中药杂志,2011,36(21):2945-2949.
- [6]盛蒂,朱兰保. 不同栽培类型、不同开放程度菊花中总黄酮和绿原酸含量研究[J]. 食品工业科技,2012,33(2):157-159.
- [6]Mathew A G, Robbins C M. Influence of galactosyl lactose on energy and protein digestibility, enteric microflora and performance of weanling pigs[J]. Journal of Animal Science,1997,75(4):1009-1016.
- [7]董光龙,王俊义,王为忠,等. 表皮生长因子对放射性肠炎全肠外营养大鼠谷氨酰胺代谢酶的影响[J]. 第四军医大学学报,2000,21(8):1008-1011.
- [8]王成章,王恬. 饲料学[M]. 北京:中国农业出版社,2003.
- [9]赵桂英,段纲,杨亮宇,等. 仔猪消化道菌群变化与仔猪腹泻的关系[J]. 家畜生态,2004,25(4):44-47.
- [10]范志勇,王康宁,周定刚. EGF、Gln 和 pGRF 基因质粒对早期断奶仔猪生长及肠道发育的影响[J]. 畜牧兽医学报,2006,37(5):45-46.
- [11]湛先保,李兆申,崔忠敏,等. 应激状态下胃黏膜屏障变化的实验研究[J]. 中华内科杂志,2002,20(6):374-377.
- [12]许春娣,袁耀宗,陈舜年,等. 体液中表皮生长因子水平变化与消化性溃疡愈合的关系[J]. 上海医学,2000,23(5):296-298.
- [13]Canh T T, Sutton A L, Aarnink A J, et al. Dietary carbohydrates alter the fecal composition and pH and the ammonia emission from slurry of growing pig[J]. Journal of Animal Science,1998,76(7):1887-1895.