不同采收期苍耳草中酚酸类及蒽醌类成分的动态积累分析

刘娟秀[1]，罗益远[1]，刘训红[1*]，宋建平[2]，侯　娅[1]，马　阳[1]，华愉教[1]，王胜男[1]

1. 南京中医药大学，江苏 南京　210023
2. 盐城卫生职业技术学院，江苏 盐城　224006

摘　要：目的　分析不同采收期苍耳草 *Xanthium sibiricum* 中酚酸类及蒽醌类成分的动态变化。**方法**　采用 HPLC 法测定不同采收期苍耳草中酚酸类成分绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸及蒽醌类成分芦荟大黄素、大黄素、大黄酚的量。**结果**　不同采收期苍耳草中酚酸类及蒽醌类成分的量呈动态变化，总酚酸量 7 月中旬较高，总蒽醌量 7 月下旬较高；绿原酸、原儿茶醛、阿魏酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸 5 种主要酚酸总量 7 月中旬较高，其中绿原酸量以 6 月下旬较高，其余均以 7 月中旬较高。**结论**　为确定苍耳草药材的适宜采收期提供依据。

关键词：高效液相色谱法；苍耳草；酚酸类；蒽醌类；绿原酸；新绿原酸；原儿茶醛；原儿茶酸；隐绿原酸；咖啡酸；1,3-二咖啡酰奎宁酸；阿魏酸；3,4-二咖啡酰奎宁酸；3,5-二咖啡酰奎宁酸；4,5-二咖啡酰奎宁酸；芦荟大黄素；大黄素；大黄酚

中图分类号：R286.6　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**0253 - 2670(2016)07 - 1204 - 06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2016.07.024

Dynamic changes of phenolic acids and anthraquinones in aerial parts of *Xanthium sibiricum* from different collection periods

LIU Juan-xiu[1], LUO Yi-yuan[1], LIU Xun-hong[1], SONG Jian-ping[2], HOU Ya[1], MA Yang[1], HUA Yu-jiao[1], WANG Sheng-nan[1]

1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China
2. Yancheng Health Vocational & Technical College, Yancheng 224006, China

Abstract: Objective　To analyze the dynamic changes of phenolic acids and anthraquinones from the aerial parts of *Xanthium sibiricum* (*Xanthii Herba*) in different collection periods. **Methods**　To establish an HPLC method for simultaneous determination of chlorogenic acid, neochlorogenic acid, protocatechualdehyde, protocatechuic acid, cryptochlorogenic acid, caffeic acid, 1,3-dicaffeoylquinic acid, ferulic acid, 3,4- dicaffeoylquinic acid, 3,5-dicaffeoylquinic acid, 4,5-dicaffeoylquinic acid, aloeemodin, emodin, and chrysophanol in the aerial parts of *X. sibiricum*. **Results**　The contents of phenolic acids and anthraquinones in different harvest time showed dynamic changes. In mid July, the content of total phenolic acids was higher. The higher content of total anthraquinones was in late July. The contents of five total phenolic acids were higher in mid July, such as chlorogenic acid, protocatechuic aldehyde, ferulic acid, 3,5-dicaffeoylquinic acid, and 1,3-dicaffeoylquinic acid. The content of chlorogenic acid was higher in late June, and the rest of five phenolic acids were higher in mid July. **Conclusion**　This can provide the basis for determining the suitable harvest time of *X. sibiricum*.

Key words: HPLC; *Xanthii Herba*; phenolic acids; anthraquinones; chlorogenic acid; neochlorogenic acid; protocatechualdehyde; protocatechuic acid; cryptochlorogenic acid; caffeic acid; 1,3-dicaffeoylquinic acid; ferulic acid; 3,4- dicaffeoylquinic acid; 3,5-dicaffeoylquinic acid; 4,5-dicaffeoylquinic acid; aloeemodin; emodin; chrysophanol

苍耳草系菊科（Compositae）植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的地上部分，收载于《江苏省中药材标准》1989 年版[1]，具清风热、解毒之功效，主治鼻渊、风寒头痛、风湿痹痛、风疹、湿疹、疥癣等病症，民间用药历史悠久[2]。现代研究表明，苍耳草药材含多种酚酸类和蒽醌类成分等，酚酸类如绿

收稿日期：2015-11-05

基金项目：江苏高校优势学科建设工程资助项目（YSXK-2014）；盐城市医学科技发展计划项目（YK2014051）

作者简介：刘娟秀，女，硕士研究生，研究方向为中药品质评价。E-mail: liujx0516@163.com

***通信作者**　刘训红，男，教授，研究方向为中药鉴定与品质评价。Tel/Fax: (025)85811511　E-mail: liuxunh1959@sohu.com

原酸、新绿原酸、咖啡酸及多种咖啡酰奎宁酸等[3-4]，具有抗炎、抗菌、抗血栓等作用[5-6]；蒽醌类如芦荟大黄素、大黄素、大黄酚等[7]，具有抗菌消炎、抗病毒、调血脂、增加免疫等作用[8]。这两类成分为苍耳草药材中的重要活性成分，以其作为综合考察指标，探讨药材的适宜采收期，更具有效性和实用性。

目前苍耳草药材的质量研究多以总酚酸[6,9]、绿原酸等酚酸类成分[10-12]的测定及指纹图谱分析[13-15]评价商品药材质量，尚未见考察药效成分的动态积累探讨药材适宜采收期的研究报道。药用植物的生长发育期不同，其药用部位中成分量差异较大，故药材的采收期直接影响到药材的品质形成。关于苍耳草药材的采收，《江苏省中药材标准》记载“夏、秋两季开花或带有幼果时采割”，民间经验积累仍需科学验证。本实验采用 HPLC 法对苍耳草中绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚 14 种成分进行测定，并考察其积累动态变化，旨在为确定苍耳草药材的适宜采收期提供依据，同时为苍耳类药材内在质量的综合评价和全面控制提供可靠的检测方法。

1 仪器和试药

Waters 2695-2998 型高效液相色谱仪，包括四元高压梯度泵、真空脱气机、自动进样器、Empower 色谱工作站（美国 Waters 公司）；ME36S 型电子分析天平（德国赛多利斯公司）；KQ-500E 型超声波清洗器（功率 500 W，频率 40 kHz，昆山市超声仪器有限公司）；DHG-9140A 型电热恒温鼓风干燥箱（上海沪粤明科学仪器有限公司）。

对照品绿原酸（批号 110753-200413）、阿魏酸（批号 110773-201012）、咖啡酸（批号 110885-200102）、芦荟大黄素（批号 110756-201007）、大黄素（批号 110756-200110）、大黄酚（批号 110796-201017）购于中国食品药品检定研究院，质量分数＞98%；新绿原酸（批号 12112712）、隐绿原酸（批号 12112605）、1,3-二咖啡酰奎宁酸（批号 12061112）、3,5-二咖啡酰奎宁酸（批号 12022803）、4,5-二咖啡酰奎宁酸（批号 12022804）购于成都普瑞法科技开发有限公司，质量分数均大于 98%；原儿茶醛（批号 YECQ20140819）、原儿茶酸（批号 YECS20140411）、3,4-二咖啡酰奎宁酸（批号 YLYB2014041901）购于南京春秋生物工程有限公司，质量分数均＞98%。甲醇（江苏汉邦科技有限公司）、甲酸（德国 Merck 公司）均为色谱纯，各种溶液配制用水均为重蒸水。

不同采收期苍耳草样品于 2014 年 5～10 月采自江苏省南京市栖霞区九乡河附近，样品编号见表 1，经南京中医药大学中药鉴定教研室刘训红教授鉴定为菊科植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的干燥地上部分，留样凭证存放于南京中医药大学中药鉴定实验室。

表 1 苍耳草样品

Table 1 Samples of *Xanthii Herba*

编号	采收时间	物候期
S1	2014-05-03	初苗期
S2	2014-05-18	生长期
S3	2014-06-14	生长期
S4	2014-06-27	茎叶茂盛
S5	2014-07-17	茎叶茂盛
S6	2014-07-31	茎叶茂盛，部分初见花
S7	2014-08-15	花期
S8	2014-08-31	花期，部分初见嫩果
S9	2014-09-15	果期
S10	2014-09-30	果期
S11	2014-10-15	果期

2 方法与结果

2.1 色谱条件

采用 ZORBAX SB-C_{18} 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），流动相为甲醇（A）-0.1%甲酸水溶液（B），梯度洗脱：0～15 min，20%～30% A；15～30 min，30%～35% A；30～40 min，35%～80% A；40～55 min，80%～100% A，体积流量 1.0 mL/min，柱温 35 ℃，检测波长 254 nm，进样量 10 μL。

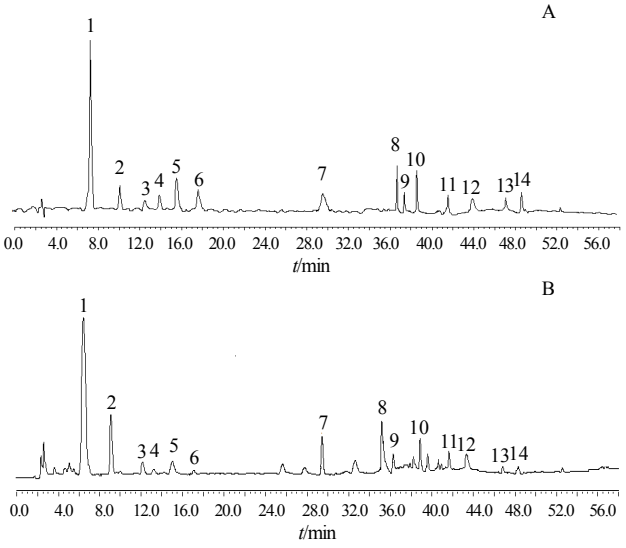
2.2 溶液制备

2.2.1 混合对照品溶液 精密称取绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚对照品适量，分别置于量瓶中，加 70%甲醇溶液溶解并稀释至刻度，得对照品储备液。分别精密吸取上述 14 种对照品混合，质量浓度依次为 0.410、0.127、0.117、0.076、0.105、0.107、0.099、0.094、0.124、0.316、0.169、0.500、0.610、0.660 mg/mL，作为混合对照品储备液。

2.2.2　供试品溶液　精密称取样品粉末（过 3 号筛）1.0 g，置于具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 40 mL 超声（500 W，40 kHz）提取 30 min，滤取滤液，滤渣加入 70%甲醇 40 mL，超声（500 W，40 kHz）提取 30 min，滤取滤液，滤渣再加入 70%甲醇 40 mL，超声（500 W，40 kHz）提取 30 min，滤取滤液，收取上述 3 次提取的滤液，减压蒸干部分溶剂，并定容至 100 mL 量瓶中，作为供试品溶液。

2.3　系统适应性试验

分别精密吸取混合对照品溶液和供试品溶液各 10 μL，按“2.1”项色谱条件分析，结果见图 1。绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚与其相邻色谱峰的分离度均大于 1.5。



1-绿原酸　2-新绿原酸　3-原儿茶醛　4-原儿茶酸　5-隐绿原酸　6-咖啡酸　7-1,3-二咖啡酰奎宁酸　8-阿魏酸　9-3,4-二咖啡酰奎宁酸　10-3,5-二咖啡酰奎宁酸　11-4,5-二咖啡酰奎宁酸　12-芦荟大黄素　13-大黄素　14-大黄酚

1-chlorogenic acid　2-neochlorogenic acid　3-protocatechuic aldehyde　4-protocatechuic acid　5-4-dicaffeoylquinic acid　6-caffeic acid　7-1,3-dicaffeoylquinic acid　8-ferulic acid　9-3,4-dicaffeoylquinic acid　10-3,5-dicaffeoylquinic acid　11-4,5-dicaffeoylquinic acid　12-aloeemodin　13-emodin　14-chrysophanol

图 1　混合对照品 (A) 和苍耳草样品 (B) 的高效液相色谱图

Fig. 1　HPLC of mixed reference substances (A) and *Xanthii Herba* (B)

2.4　标准曲线、检测限与定量限

精密吸取混合对照品溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7 mL，用 70%甲醇定容于 10 mL 量瓶中，将上述不同质量浓度混合对照品溶液及混合对照品储备液进样测定，以对照品的峰面积（Y）对相应的质量浓度（X）进行线性回归，得回归方程、相关系数及线性范围；以各化合物的信噪比为 3（S/N＝3）时的相应质量浓度确定最低检测限（LOD）；以各化合物的信噪比为 10（S/N＝10）时的相应质量浓度确定最低定量限（LOQ）。结果见表 2。

2.5　方法学考察

2.5.1　精密度试验　取一定浓度的混合对照品溶液，按照“2.1”项下的色谱条件连续进样 6 次，分别计算绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚峰面积的 RSD 为 1.31%、0.98%、1.19%、0.69%、1.46%、0.55%、0.84%、1.24%、0.37%、1.06%、0.93%、0.61%、1.11%、0.88%。

2.5.2　稳定性试验　取苍耳草样品（S6）供试液，分别在 0、2、4、6、12、24 h 进样 6 次，测定算绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚峰面积的 RSD 分别为 1.86%、0.73%、1.29%、0.45%、1.13%、0.82%、1.48%、0.90%、0.76%、1.92%、1.56%、0.21%、1.61%、0.59%。

2.5.3　重复性试验　取苍耳草样品（S6）6 份，制备供试品溶液，进样测定绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚质量分数的 RSD 分别为 0.55%、1.09%、0.12%、0.69%、0.87%、0.57%、0.36%、0.22%、1.11%、0.48%、1.08%、1.49%、1.28%、1.02%。

2.5.4　加样回收率试验　取已测定的苍耳草样品（S6）0.5 g，6 份，精密称定，分别加入一定量的对照品溶液，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，按照“2.1”项下条件进行测定，计算绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚的加样回收率分别为

表 2 苍耳草药材中 14 种成分标准曲线、LOD 与 LOQ

Table 2 Calibration cures, LOD, and LOQ of 14 reference substances of *Xanthii Herba*

成分	线性方程	r	线性范围/(μg·mL^{-1})	LOD/(μg·mL^{-1})	LOQ/(μg·mL^{-1})
绿原酸	$Y=2.76\times10^7X+178\ 575$	0.999 0	8.24～28.70	0.64	5.98
新绿原酸	$Y=1.08\times10^7X-11\ 162$	0.993 1	1.27～8.89	0.31	0.74
原儿茶醛	$Y=4.13\times10^6X+464.77$	0.999 3	1.17～8.19	0.45	1.03
原儿茶酸	$Y=1.25\times10^7X-5\ 084.8$	0.997 3	0.76～5.32	0.18	0.54
隐绿原酸	$Y=1.93\times10^7X-5\ 360.7$	0.998 3	1.05～7.35	0.24	0.92
咖啡酸	$Y=2.26\times10^7X-5\ 386.7$	0.999 1	1.07～7.49	0.55	0.85
1,3-二咖啡酰奎宁酸	$Y=1.30\times10^7X+4\ 879.3$	0.998 7	0.99～6.93	0.34	0.79
阿魏酸	$Y=1.11\times10^7X-3\ 703.6$	0.999 1	0.94～6.58	0.59	0.88
3,4-二咖啡酰奎宁酸	$Y=3.03\times10^7X-10\ 461$	0.997 8	1.24～8.68	0.41	1.11
3,5-二咖啡酰奎宁酸	$Y=7.16\times10^7X-2\ 830.5$	0.998 4	3.16～22.12	0.82	2.85
4,5-二咖啡酰奎宁酸	$Y=2.84\times10^7X-3\ 234$	0.999 3	1.69～11.83	0.26	1.55
芦荟大黄素	$Y=4.33\times10^7X+167\ 593$	0.999 1	1.25～20.00	0.37	1.01
大黄素	$Y=2.99\times10^7X-1\ 393.1$	0.999 2	1.53～24.40	0.35	1.47
大黄酚	$Y=9.77\times10^6X-3\ 896.5$	0.999 3	1.65～26.40	0.44	0.89

99.15%、99.06%、102.23%、97.22%、96.95%、98.40%、99.47%、98.36%、98.68%、100.66%、97.92%、100.34%、100.06%、98.94%；RSD 分别为 1.79%、1.35%、0.85%、1.11%、0.40%、2.53%、1.56%、1.23%、1.28%、1.37%、1.71%、2.71%、1.25%、1.55%。

2.6 样品测定

取苍耳草样品，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，按照“2.1”项下条件进行测定，采用外标法计算样品中绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素、大黄酚的量及总酚酸、总蒽醌量。结果见表 3。

2.7 苍耳草酚酸类及蒽醌类成分动态积累

苍耳草样品中酚酸类和蒽醌类成分在不同采收期量累积呈现规律性的变化（图 2）。总酚酸量在 7

表 3 不同采收期苍耳草中 14 种成分的测定结果 (n = 3)

Table 3 Determination of 14 components in *Xanthii Herba* from different collection periods (n = 3)

样品	质量分数/(mg·g^{-1})															
	绿原酸	新绿原酸	原儿茶醛	原儿茶酸	隐绿原酸	咖啡酸	1,3-二咖啡酰奎宁酸	阿魏酸	3,4-二咖啡酰奎宁酸	3,5-二咖啡酰奎宁酸	4,5-二咖啡酰奎宁酸	芦荟大黄素	大黄素	大黄酚	总酚酸量	总蒽醌量
S1	0.337	0.373	0.433	0.284	0.355	0.058	0.271	1.297	0.172	0.151	0.148	0.007	0.087	0.143	3.879	0.237
S2	0.398	0.254	0.491	0.210	0.223	0.129	0.080	0.951	0.123	0.204	0.127	0.017	0.055	0.109	3.190	0.181
S3	0.625	0.284	0.780	0.211	0.106	0.146	0.342	0.646	0.176	0.408	0.137	0.061	0.033	0.094	3.860	0.187
S4	0.736	0.076	0.451	0.206	0.104	0.142	0.150	0.629	0.109	0.407	0.131	0.056	0.020	0.100	3.141	0.175
S5	0.528	0.340	1.612	0.250	0.073	0.125	0.561	3.632	0.236	0.614	0.127	0.037	0.021	0.100	8.098	0.158
S6	0.204	0.152	1.195	0.190	0.070	0.083	0.314	0.630	0.159	0.357	0.126	0.060	0.032	0.191	3.481	0.284
S7	0.212	0.100	0.198	0.181	0.069	0.078	0.080	0.237	0.062	0.213	0.125	0.053	0.019	0.092	1.555	0.164
S8	0.360	0.082	0.384	0.176	0.065	0.077	0.185	0.286	0.094	0.216	0.127	0.038	0.028	0.101	2.051	0.168
S9	0.251	0.079	0.327	0.175	0.063	0.071	0.141	0.990	0.100	0.330	0.127	0.055	0.035	0.107	2.654	0.197
S10	0.257	0.102	0.489	0.172	0.063	0.069	0.124	0.702	0.103	0.169	0.127	0.063	0.031	0.089	2.377	0.182
S11	0.211	0.084	0.418	0.195	0.069	0.115	0.196	0.336	0.091	0.136	0.126	0.065	0.024	0.087	1.976	0.177

月中旬较高，5 月上旬、6 月中旬次之，8 月中旬较低，8 月下旬之后变化较小；总蒽醌量在 7 月下旬较高，5 月上旬至 7 月中旬逐渐降低，8 月中旬较低，8 月下旬之后变化较小；新绿原酸、原儿茶酸、3,4-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸、芦荟大黄素、大黄素在不同采收期量变化较小；原儿茶醛、阿魏酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、大黄酚在 6 月下旬至 7 月中旬量明显增加，在 7 月中旬至 8 月中旬量明显下降，其余月份量基本持平；绿原酸量在 5 月上旬至 6 月下旬量逐渐增加，6 月下旬达到最高，7 月以后量呈下降趋势降低；隐绿原酸量在 5 月上旬最高，5 月至 7 月中旬量逐渐降低，7 月以后量基本持平；咖啡酸量在 5 月至 6 月中旬量明显增加，6 月下旬至 7 月下旬量明显降低，8 月以后量基本持平。

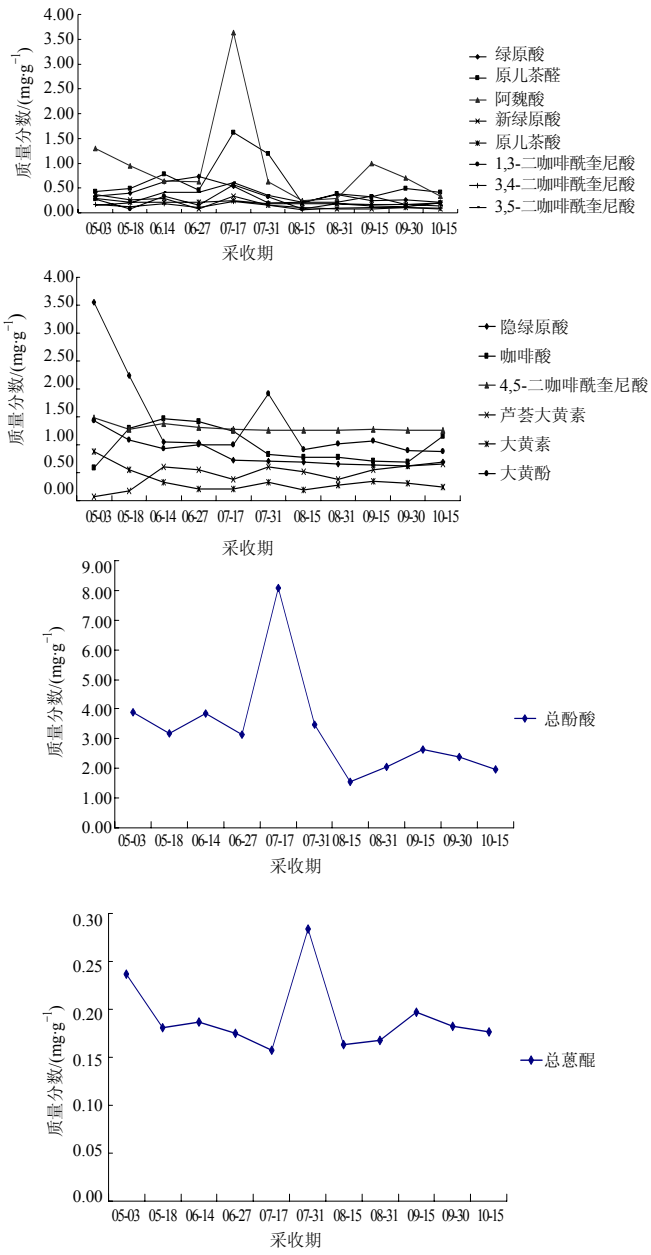


图 2　不同采收期苍耳草酚酸类及蒽醌类成分动态变化

Fig. 2　Dynamic changes of phenol acids and anthraquinones in *Xanthii Herba* harvested at different periods

3　讨论

3.1　样品提取条件的优化

采用单因素变量法，分别对苍耳草样品考察了不同提取方法（连续回流、超声）、提取溶剂（50%、70%、90%、100%甲醇）、料液比（1∶20、1∶30、1∶40、1∶50）、提取时间（30、60、90、120 min）和提取次数（1、2、3 次）。结果显示，苍耳草以 70%甲醇超声提取 30 min，提取 3 次，料液比为 1∶40 的提取条件较佳。

3.2　色谱条件的优化

3.2.1　色谱柱及流动相　分别对流动相乙腈-0.1%甲酸水溶液、乙腈-0.1%磷酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液及色谱柱 YMC-Pack ODS-A C_{18}（150 mm×4.6 mm，5 μm）、ZORBAX SB-C_{18}（250 mm×4.6 mm，5 μm）进行考察。结果显示，甲醇-0.1%甲酸水溶液、SB-C_{18} 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）能将所测 14 种成分分离且峰形较好。

3.2.2　检测波长　采用二极管阵列检测器对检测波长进行考察，通过对供试品溶液和对照品溶液在 210～400 nm 下进行全波长扫描，综合评价各吸收峰强度及分离度，结果发现在 254 nm 下 14 种成分吸收峰具有较大的响应值。故确定检测波长为 254 nm。

3.3　实验结果分析

不同采收期苍耳草中酚酸类及蒽醌类成分的量呈现动态变化。总酚酸、总蒽醌量在 5 月上旬至 6 月下旬呈缓慢波动下降，8 月下旬之后变化较小。其中总酚酸量在 7 月中旬较高，总蒽醌量在 7 月下旬较高。苍耳草中 5 种主要酚酸总量以 7 月中旬较高，其中绿原酸量以 6 月下旬较高，10 月份较低；原儿茶醛量以 7 月中旬较高，8 月中旬较低；阿魏酸量以 7 月中旬较高，8 月较低；3,5-二咖啡酰奎宁酸量以 7 月中旬较高，10 月较低；1,3-二咖啡酰奎宁酸量以 7 月中旬较高，8 月中旬较低。

本实验建立了 HPLC 法同时苍耳草中酚酸类（绿原酸、新绿原酸、原儿茶醛、原儿茶酸、隐绿原酸、咖啡酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸、阿魏酸、3,4-二

咖啡酰奎宁酸、3,5-二咖啡酰奎宁酸、4,5-二咖啡酰奎宁酸）和蒽醌类（芦荟大黄素、大黄素、大黄酚）14 种成分的方法，并考察了它们的积累动态变化规律，从而为确定苍耳草药材的适宜采收期提供了科学依据，同时也为苍耳类药材内在质量的综合评价和全面控制提供可靠的检测方法。

参考文献

[1] 江苏省卫生厅. 江苏省中药材标准 [M]. 南京: 江苏科学技术出版社, 1989.

[2] 南京中医药大学. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2006.

[3] 阮贵华, 李攻科. 苍耳子的化学成分及其分离分析研究进展 [J]. 中成药, 2008, 30(3): 421-426.

[4] 杨 柳, 吴金雄, 许舜军, 等. 苍耳子中酚酸类化合物的鉴别及绿原酸的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(19): 85-88.

[5] 韩 婷, 李慧梁, 胡 园, 等. 苍耳子中酚酸类化合物及不同品种和居群苍耳子中总酚酸含量的测定 [J]. 中国中西医结合学报, 2006, 4(2): 194-198.

[6] 宋琳琳, 沙靖全, 赵 宏, 等. 苍耳草中总酚酸的含量测定及其抗炎作用研究 [J]. 时珍国医国药, 2013, 24(10): 2331-2332.

[7] 陈 洁, 王 瑞, 师彦平. 苍耳子的化学成分研究 [J]. 中草药, 2013, 44(13): 1717-1720.

[8] 曹 亮, 周建军. 蒽醌类化合物的研究进展 [J]. 西北药学杂志, 2009, 24(3): 237-238.

[9] 徐圣秋, 雷 雨, 李伟东, 等. UV法测定不同采收期苍耳草中总酚酸含量 [J]. 徐州医学院学报, 2010, 30(9): 574-576.

[10] 仝俊太, 徐圣秋, 李伟东, 等. 高效液相色谱法测定苍耳草中绿原酸的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2011, 31(20): 1739-1740.

[11] 王美琴, 徐圣秋, 雷 雨, 等. HPLC 法测定不同采收期苍耳草中绿原酸的含量 [J]. 现代中药研究与实践, 2011, 25(6): 83-85.

[12] 胡冬燕, 杨顺义, 袁呈山, 等. 苍耳化学成分的分离与鉴定 [J]. 中草药, 2012, 43(4): 640-644.

[13] 吴 育, 雷 雨, 徐圣秋, 等. 不同采收期苍耳草的指纹图谱研究 [J]. 中国新药杂志, 2012, 21(19): 2316-2320.

[14] 柏 璐, 李伟东, 蔡宝昌, 等. 苍耳草水溶性成分指纹图谱 LC-MS/MS 研究 [J]. 南京中医药大学学报, 2013, 29(6): 576-578.

[15] 王仕平, 刘惠民, 谢 勇, 等. 苍耳草的质量标准研究 [J]. 中国医院用药评价与分析, 2014, 14(3): 220-222.