

本文引文格式:李卿,覃洪含. 摘蕾处理对金荞麦中4种黄酮类成分含量的影响研究[J]. 右江民族医学院学报, 2025, 47(4): 578-582.

【论著与临床报道】

摘蕾处理对金荞麦中4种黄酮类成分含量的影响研究

李卿¹, 覃洪含²

(1. 广西壮族自治区妇幼保健院药剂科, 广西 南宁 530003;

2. 右江民族医学院药学院, 广西 百色 533000)

摘要:目的 探究在金荞麦(*Fagopyrum dibotrys*)现蕾期实施摘蕾处理对其根茎中表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁等黄酮类成分含量的影响,为其栽培管理与药材质量控制提供依据。方法 以生长条件一致的金荞麦植株为研究对象,设置对照组与摘蕾组,摘蕾组于现蕾期(2023年7月中旬)连续摘除全部花蕾,对照组不作处理,两组均于10月采收根茎,采用液相色谱-串联质谱联用技术(LC-MS/MS)建立定量分析方法,测定4种黄酮类成分含量,并进行方法学验证。结果 所建LC-MS/MS方法线性关系良好($R^2 > 0.999$),精密度、重复性、稳定性和回收率均符合分析要求。摘蕾组中表儿茶素、儿茶素、芦丁含量较对照组显著升高($P < 0.05$),原儿茶酸变化不显著。结论 现蕾期摘蕾可有效促进金荞麦根茎中主要黄酮类成分的积累,适当摘蕾是提升金荞麦药材质量的可行措施。

关键词:金荞麦;摘蕾;黄酮类

中图分类号:R284

文献标识码:A

文章编号:1001-5817(2025)04-0578-05

doi:10.3969/j.issn.1001-5817.2025.04.005

Study on the effects of bud removal on the contents of four flavonoids in *Fagopyrum dibotrys*

LI Qing¹, QIN Honghan²

(1. Department of Pharmacy, Maternity and Child Health Care of Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning 530003, Guangxi, China; 2. School of Pharmacy, Youjiang Medical University for Nationalities, Baise 533000, Guangxi, China)

Abstract: **Objective** To investigate the effect of bud removal during the bud stage on the contents of flavonoids (epicatechin, catechin, procatechuic acid, and rutin) in the rhizomes of *Fagopyrum dibotrys* (*F. dibotrys*), providing a basis for optimizing cultivation practices and quality control of medicinal materials.

Methods *F. dibotrys* plants under consistent growth conditions were selected as subjects. A control group and a bud removal group were established. The bud removal group underwent continuous removal of all flower buds during the bud stage (mid-July 2023), while the control group received no treatment. Rhizomes were harvested in October. A quantitative analytical method was established using liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) to determine the content of the four flavonoids, followed by methodological validation.

Results The established LC-MS/MS method showed good linearity ($R^2 > 0.999$), and its precision, repeatability, stability, and recovery rate all met analytical requirements. The contents of epicatechin, catechin, and rutin in the bud removal group were significantly higher than those in the control group ($P < 0.05$), while the change in procatechuic acid content was not statistically significant. **Conclusion** Bud removal during the bud stage effectively promotes the accumulation of major flavonoids in *F. dibotrys* rhizomes. Appropriate bud removal is a feasible strategy to improve the quality of *F. dibotrys* as a medicinal material.

Key words: *Fagopyrum dibotrys*; bud removal; flavonoids

基金项目:广西自然科学基金项目(2025GXNSFHA069164)

第一作者:李卿,主管药师,研究方向:药物质量分析,E-mail:83606449@qq.com

通讯作者:覃洪含,副教授,硕士研究生导师,研究方向:中药药理及质量分析,E-mail:313770493@qq.com

金荞麦(*Fagopyrum dibotrys*)作为中国传统的中草药,含有酚类、黄酮类等多种生物活性成分,具有多种生物调节功能,包括调节糖脂代谢、抗氧化、抗菌和抗肿瘤等作用^[1]。黄酮类化合物已被证实是金荞麦中的主要活性化合物^[2],其包含表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁等多种化合物,其中表儿茶素为《中华人民共和国药典》2020 年版对金荞麦质量控制的评价指标^[3]。金荞麦中的黄酮类化合物具有显著的抗氧化和心脑血管保护作用^[4],因此被视为有价值的膳食补充剂。

在中药栽培生产实践中,摘除花蕾可以节约药用植物生殖活动所消耗的能量及物质使其更多地被用于营养生长,从而提高药用植物的总生物量^[5]。目前,关于摘蕾处理在金荞麦、人参、三七、老鸦瓣等药用植物上均已有关研究,研究表明摘蕾处理一方面可以提高药材地下部分生物量,还可促进药材地下部分有效成分的积累^[6-10]。GUO X W 等^[6]对金荞麦整个花期持续进行摘蕾处理,并分别在花蕾期、初花期、花期、枯萎期采样后,通过液相色谱-串联质谱联用技术(Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry, LC-MS/MS)测定正常开花组和摘蕾处理组样品中的表儿茶素水平,结果表明,摘蕾处理组的表儿茶素平均含量在各时期均显著高于正常开花组,最终达到(0.73 ± 0.01)%。在蕾期,两组间的差异最大达 7 倍。在随后的 3 个时期内,正常开花组表儿茶素含量的增加速度减慢,且持续到枯萎期。罗嘉仪等^[7]考察了摘除花蕾对林下参不同药用部位人参皂苷含量的影响,结果表明,与未摘蕾组相比,摘蕾组林下参地下部位除须根部位外,人参皂苷和总人参皂苷含量均上升。摘蕾组人参皂苷 Rd 在芦头、根皮中的含量显著上升。缪媛媛等^[9]在老鸦瓣现蕾期摘除花蕾,开花期进行人工授粉,测定老鸦瓣的形态指标和各器官生物量,结果表明摘蕾处理有利于老鸦瓣的生长,提高药材产量。

本研究以金荞麦为研究对象,通过测定药材样品中表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸及芦丁 4 种黄酮类成分,分析比较对照组与摘蕾组 4 种成分的含量变化规律,为金荞麦栽培管理措施的优化提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 样品与试剂 金荞麦植株种植于广西金秀县,第二年分别设置摘蕾组与对照组,统一生长环境与管理条件。摘蕾组于现蕾期(2023 年 7 月中旬)连续摘除全部花蕾,对照组不作处理,两组均于 10 月中旬采收根茎部。药材经烘干、粉碎、过 20 目筛,备用。表儿茶素(批号 MUST23032202)、儿茶素(批号 MUST23050811)、原儿茶酸(批号 MUST22101512)、芦丁(批号 MUST21062604)标准品购自成都曼思特

生物科技有限公司,质量分数均 ≥ 98%。色谱纯甲醇、乙腈(Thermo Fisher Scientific 公司),分析纯甲醇、甲酸等其余试剂均购自国药集团化学试剂有限公司;水为纯净水(杭州娃哈哈集团有限公司)。

1.2 仪器 LC-MS/MS 分析系统由 Agilent 1260 型快速高分离液相色谱(美国 Agilent 公司,包括四元泵、自动进样器、在线脱气系统和柱温箱)和 AB SCIEX QTRAP[®]4500 系统(美国 Applied Biosystems 公司,包括 Turbo V 离子源和三重四极杆线性离子阱串联质量分析器;Analyst[®]软件 1.6 版用于 LC-MS/MS 系统的同步控制、数据采集和分析)组成;AB-135-S 电子分析天平购自瑞士 Mettler Toledo 集团;购自 KQ-500 型超声波清洗器购自昆山市超声仪器有限公司;DHG-9030A 型电热鼓风干燥箱购自上海一恒科学仪器有限公司;0.22 μm 有机系尼龙过滤膜购自天津博纳艾杰尔生物科技公司。

1.3 对照品及供试品溶液制备 取表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁对照品适量,分别用色谱甲醇配制成 100 μg/mL 标准储备液,甲醇梯度稀释获得 10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL、1 000 ng/mL 的系列混合标准品溶液。取药材粉末约 2 g,精密称定后置量瓶中,加甲醇 20 mL,混匀,称定,超声提取 30 min,放冷后甲醇补足减失重量,移取 1 mL 上清液用甲醇定容至 10 mL,0.22 μm 微孔滤膜过滤后置入进样小瓶,供 LC-MS/MS 测定。

1.4 LC-MS/MS 分析条件

1.4.1 色谱条件 流动相:流动相 A 为水(含 0.1% 甲酸),流动相 B 为乙腈。流动相洗脱梯度见表 1。色谱柱为 Agilent Poroshell 120 SB C18 柱(100 mm × 3.0 mm, 2.7 μm)。流速为 0.3 mL/min,进样量为 10 μL,每个样品的运行时间为 10.0 min。

表 1 测定流动相洗脱梯度

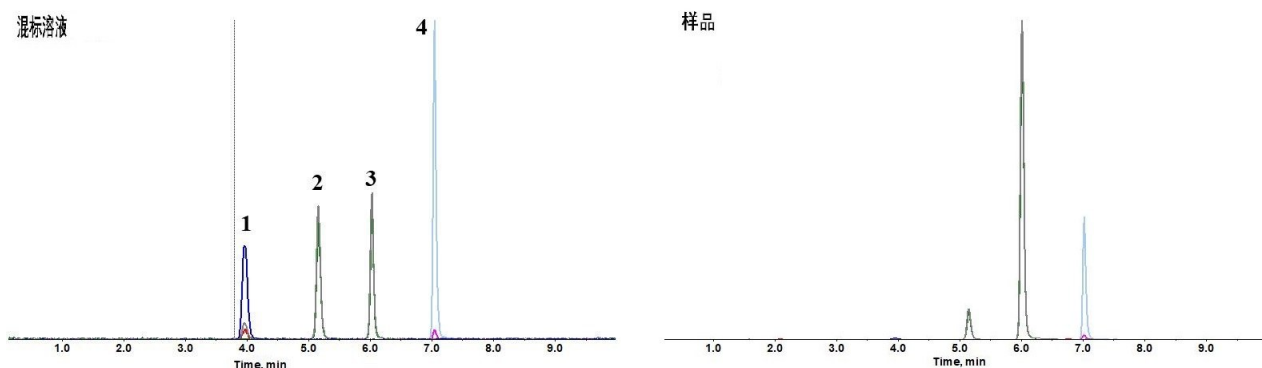
| Time/min | Flow Rate/ (mL · min ⁻¹) | A/% | B/% |
|----------|---|-----|-----|
| 0.00 | 0.3 | 90 | 10 |
| 4.00 | 0.3 | 75 | 25 |
| 4.50 | 0.3 | 10 | 90 |
| 7.00 | 0.3 | 10 | 90 |
| 7.10 | 0.3 | 90 | 10 |
| 10.00 | 0.3 | 90 | 10 |

1.4.2 质谱条件 AB SCIEX QTRAP[®]4500 液质分析系统,电喷雾离子源(ESI),负离子扫描,每个分析物选择两对特征离子对进行参数优化,包括去簇电压(DP)和碰撞能量(CE)。使用多反应监测(MRM)模式进行测定,柱留时间为 10 ms。具体质谱条件如表

2. 混标溶液和样品总离子流图 1。

表 2 质谱工作参数

| 化合物 | 质谱参数 | | |
|----------------------|--------|---------------------|--------|
| | Q1 | MS2 | CE(eV) |
| 表儿茶素 | 288.8 | 122.9(定性),108.8(定量) | 40 |
| 儿茶素 | 288.8 | 122.9(定性),108.8(定量) | 40 |
| 原儿茶酸 | 153.0 | 108.9(定量),107.9(定性) | 40 |
| 芦丁 | 609.0 | 300.0(定量),270.9(定性) | 40 |
| DP (V) | 80 | | |
| CXP (V) | 10 | | |
| IonSpray voltage (V) | -4500 | | |
| Curtain gas | 35 | | |
| CAD | Medium | | |
| Ion Source Gas 1 | 50 | | |
| Ion Source Gas 2 | 55 | | |
| Source temperature | 550 | | |



注:1 为原儿茶酸,2 为儿茶素,3 为表儿茶素,4 为芦丁。

图 1 混标溶液和样品 MRM 模式离子流图

表 3 4 种黄酮成分的回归方程、 r 、线性范围、LOD 和 LOQ

| 化合物 | 回归方程 | r | 线性范围/(ng · mL ⁻¹) | LOD/ng | LOQ/ng |
|------|------------------------|--------|-------------------------------|--------|--------|
| 原儿茶酸 | $Y = 1409.3X + 3453.3$ | 0.9999 | 10.00~1000.00 | 0.03 | 0.06 |
| 儿茶素 | $Y = 1278.3X + 5231.6$ | 0.9998 | 10.00~1000.00 | 0.02 | 0.05 |
| 表儿茶素 | $Y = 1144.8X + 4871.7$ | 0.9999 | 10.00~1000.00 | 0.02 | 0.05 |
| 芦丁 | $Y = 2572.7X + 1390.5$ | 0.9996 | 10.00~1000.00 | 0.01 | 0.02 |

1.5.3 重复性实验 取同一批次样品 6 份,按“1.3”项下方法制备供试品溶液,在“1.4”项分析条件下进样分析,测得表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁峰面积的 RSD 分别为 2.85%、2.92%、2.36%、2.92%,表明该方法重复性良好。

1.5.4 加样回收率实验 称取含有量已知的样品 1.0 g,精密加等量对照品,平行 6 份,按照“1.3”项下方法制备供试品溶液,测得表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁平均加样回收率分别为 87.25%、86.81%、93.98%、89.59%。RSD 分别为 2.52%、2.97%、2.86%、2.75%,表明该方法准确度良好。

1.5.5 稳定性实验 稳定性试验于室温下 0 h、6 h、

1.5 方法学实验

1.5.1 线性关系考察 精密吸取“1.2”项下对照品溶液适量,流动相稀释成系列质量浓度。以待测物峰面积为纵坐标(Y),待测物质量浓度为横坐标(X),进行回归,结果见表 3,可知各成分在各自范围内线性关系良好。将混合标准品溶液逐步稀释,分别以信噪比 $S/N=3$ 和 $S/N=10$ 时各标准品的量为检测限(LOD)和定量限(LOQ)。结果表明当前方法灵敏度高,满足样品定量分析要求。

1.5.2 精密度实验 精密吸取 100 ng/mL 对照品溶液,在“1.3”项分析条件下连续进样 6 次,测得表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁峰面积的 RSD 分别为 2.85%、2.92%、2.36%、2.92%,表明仪器精密度良好。

12 h、24 h、48 h 取样检测,测得表儿茶素、儿茶素、原儿茶酸、芦丁峰面积的 RSD 分别为 2.21%、0.82%、2.85%、0.82%,表明溶液在室温下 48 h 内稳定性良好。

1.6 统计学方法 采用 SPSS 26.0 统计软件对数据进行分析,计量资料数据以($\bar{x} \pm s$)表示,采用 t 检验,以 $P < 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 样品测定结果

与对照组比较,摘蕾组金荞麦中的芦丁、表儿茶素、儿茶素的含量均明显提高,差异有统计学意义($P < 0.05$)。摘蕾组原儿茶酸含量也呈现增高趋势,但与对照组比较差异无统计学意义($P > 0.05$)。见表 4。

表 4 摘蕾处理对金荞麦中 4 种黄酮类成分含量的影响

单位: $\mu\text{g/g}$

| 组别 | <i>n</i> | 芦丁 | 原儿茶酸 | 表儿茶素 | 儿茶素 |
|----------|----------|--------------|-----------|--------------|------------|
| 对照组 | 3 | 72.92±6.75 | 3.20±0.10 | 506.79±1.82 | 48.80±1.76 |
| 摘蕾组 | 3 | 115.29±13.51 | 3.58±0.42 | 757.20±78.06 | 64.78±8.89 |
| <i>t</i> | | -4.858 | -1.522 | -5.555 | -3.055 |
| <i>P</i> | | 0.008 | 0.203 | 0.005 | 0.038 |

注:表内计量资料数据以($\bar{x}\pm s$)表示。

3 讨论

开花是植物由营养生长转向生殖生长过程中一个关键的生理变化,既影响生物量的积累,也对次生代谢产物的合成产生重要影响。通常开花过程可分为 4 个连续阶段:蕾期、初花期、盛花期和凋谢期^[11],本次研究的是在金荞麦的蕾期中持续摘蕾处理。摘蕾是药用植物生长过程中常用的植株调整措施,如林下参、三七、桓仁山参等^[7-9],通过抑制生殖生长促进营养生长最终提高药材产量、质量。本实验研究结果表明,在金荞麦根茎中,表儿茶素是其主要成分,含量明显高于其他成分。已有研究^[6]表明,金荞麦连续花序去除组根茎在凋谢期的表儿茶素含量比正常开花植株增加了 25%。此外,本研究发现芦丁和儿茶素含量与对照组相比也显著增加。

关于金荞麦化学成分含量测定的方法,陶小艳等^[12]采用 HPLC 法测定“黔中金荞麦”中 4 种成分含量:原花青素 B2、表儿茶素、芦丁和槲皮素分别在 5~85 $\mu\text{g/mL}$ 、5~80 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5~8 $\mu\text{g/mL}$ 、0.125~2.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内呈现良好线性关系。陈煦^[13]建立了高效液相色谱法(HPLC)测定金荞麦片中原儿茶酸和表儿茶素的含量。结果表明,原儿茶酸和表儿茶素在 0.07~1.56 $\mu\text{g/mL}$ 和 0.11~2.34 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好($r=0.9999$)。而本研究使用 LC-MS/MS 方法测定金荞麦中 4 种黄酮类成分,方法简便快速、灵敏度更高。

LC-MS/MS 是一种将 HPLC 与质谱(MS)联用的现代分析技术,特别适合对复杂样品中的目标成分进行高灵敏度、高选择性的定量检测。该技术在中药质量标准检测中发挥着日益重要的作用,尤其是在多成分定量、代谢物识别及成分溯源等方面。LC-MS/MS 在中药质量标准检测中的作用:①实现中药多成分的准确定量。中药成分复杂,传统方法(如 UV、HPLC)往往只能分析一种或少量成分。LC-MS/MS 可同时对多个活性成分(如黄酮、皂苷、生物碱等)进行快速、灵敏、特异的定量分析;②有助于建立“多成分定量评价标准”,推动中药从“指纹图谱”到“量-效关系”的评价,适用于中药饮片、制剂、中药注射剂等的质量标准

研究;③满足对“杂质限度”“残留溶剂”“农残”等高标准检测的要求;④可用于中药复方在体内的药代动力学研究,筛选体内暴露量高、与疗效密切相关的成分作为“质量标志物”。

综上所述,本研究建立了一种简便、准确、重复性好的 LC-MS/MS 检测方法,成功用于测定金荞麦中 4 种主要黄酮类成分。此外,样品测定结果表明,适时摘蕾有助于提升金荞麦根茎中表儿茶素、儿茶素、芦丁等活性成分含量,为金荞麦规范化栽培与质量提升提供理论依据。

感谢中国医学科学院药用植物研究所罗祖良副研究员在本文实验和分析方面的支持。

参考文献:

- [1] 杨亭,陈小连,胡利珍,等.金荞麦的药理作用及在动物生产中的应用[J].草业科学,2023,40(9):2411-2423.
- [2] JING R, LI H Q, HU C L, et al. Phytochemical and pharmacological profiles of three *Fagopyrum* Buckweats[J]. Int J Mol Sci, 2016, 17(4): 589.
- [3] 张晶,魏胜利,李娇,等.不同生长年限与采收期对金荞麦药材产量与质量的影响[J].中国现代中药,2021,23(3): 501-505,535.
- [4] WATANABE M. Catechins as antioxidants from buckwheat (*Fagopyrum esculentum* Moench) groats [J]. J Agric Food Chem, 1998, 46(3): 839-845.
- [5] KOŁODZIEJ B, SUGIER D, KWIATKOWSKI C. Phosphorus fertilization and inflorescence removal in American ginseng culture [J]. Ind Crops Prod, 2015, 74: 619-627.
- [6] GUO X W, LUO Z L, ZHANG M, et al. The spatiotemporal regulations of epicatechin biosynthesis under normal flowering and the continuous inflorescence removal treatment in *Fagopyrum dibotrys* [J]. BMC Plant Biol, 2022, 22(1): 379.
- [7] 罗嘉仪,罗旖璐,韩红亮,等.摘除花蕾对林下参不同部位中人参皂苷和植物激素含量的影响[J].中草药,2023,54(4):1243-1251.
- [8] 田景鑫,蔡明,原庆贺.摘蕾和采收期对桓仁山参品质的影响研究[J].中国林副特产,2021(4):22-24.
- [9] 张诗焉,潘建英,郭宜欣,等.摘蕾对三七中皂苷类成分的

- 影响[J]. 中南药学, 2022, 20(11): 2537-2541.
- [10] 缪媛媛, 朱再标, 郭巧生, 等. 摘蕾和人工授粉对老鸦瓣生长和产量的影响[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(11): 2016-2018.
- [11] FAN J J, ZHANG W X, ZHANG D L, et al. Flowering stage and daytime affect scent emission of *Malus ioensis* "prairie rose"[J]. *Molecules*, 2019, 24(13): 2356.
- [12] 陶小艳, 张涛, 周思旋, 等. HPLC 法同时测定和评价“黔中金荞麦”中 4 种成分含量[J]. 中国兽药杂志, 2022, 56(8): 65-72.
- [13] 陈煦. HPLC 法测定金荞麦片中原儿茶酸和表儿茶素的含量[J]. 药物分析杂志, 2010, 30(4): 641-643.
- 收稿日期: 2025-05-11; 修回日期: 2025-06-18
(本文编辑 覃黎黎)
-
- (上接第 577 页)
- [12] LEONG T, SMITHERS B M, MICHAEL M, et al. Pre-operative chemoradiotherapy for resectable gastric cancer[J]. *N Engl J Med*, 2024, 391(19): 1810-1821.
- [13] SUN P, MA L N, LU Z M. Lactylation: Linking the Warburg effect to DNA damage repair[J]. *Cell Metab*, 2024, 36(8): 1637-1639.
- [14] FREZZA C. Fructose, the sweet(er) side of the Warburg effect[J]. *Cell Death Differ*, 2024, 31(11): 1395-1397.
- [15] ENRÍQUEZ J A, MITTELBRUNN M. Warburg effect reshapes tumor immunogenicity[J]. *Cancer Res*, 2024, 84(13): 2043-2045.
- [16] AISYAH R, OHSHIMA N, WATANABE D, et al. GDE5/Gpcpd1 activity determines phosphatidylcholine composition in skeletal muscle and regulates contractile force in mice[J]. *Commun Biol*, 2024, 7(1): 604.
- [17] SALSABILA S D, KIM J. Structural insights into phosphatidylethanolamine N-methyltransferase PmtA mediating bacterial phosphatidylcholine synthesis[J]. *Sci Adv*, 2024, 10(40): eadr0122.
- [18] KHEZRI M R, MOHAMMADIPANAH S, GHASEM-NEJAD-BERENJI M. The pharmacological effects of Berberine and its therapeutic potential in different diseases: Role of the phosphatidylinositol 3-kinase/AKT signaling pathway[J]. *Phytother Res*, 2024, 38(1): 349-367.
- [19] HAIDER A, WEI Y C, LIM K, et al. PCYT1A regulates phosphatidylcholine homeostasis from the inner nuclear membrane in response to membrane stored curvature elastic stress[J]. *Dev Cell*, 2018, 45(4): 481-495. e8.
- [20] YU J, WU C T, WU Q, et al. PCYT1A suppresses proliferation and migration via inhibiting mTORC1 pathway in lung adenocarcinoma[J]. *Biochem Biophys Res Commun*, 2020, 529(2): 353-361.
- [21] FAN Z C, MA J S, PAN X B, et al. Crosstalk of FGFR1 signaling and choline metabolism promotes cell proliferation and survival in prostate cancer cells[J]. *Int J Cancer*, 2022, 150(9): 1525-1536.
- [22] XIONG J, WANG L, FEI X C, et al. MYC is a positive regulator of choline metabolism and impedes mitophagy-dependent necroptosis in diffuse large B-cell lymphoma[J]. *Blood Cancer J*, 2017, 7(7): e0.
- [23] YU J, WU C T, WU Q, et al. PCYT1A suppresses proliferation and migration via inhibiting mTORC1 pathway in lung adenocarcinoma[J]. *Biochem Biophys Res Commun*, 2020, 529(2): 353-361.
- [24] WANG K F, XU H J, ZOU R, et al. PCYT1A deficiency disturbs fatty acid metabolism and induces ferroptosis in the mouse retina[J]. *BMC Biol*, 2024, 22(1): 134.
- 收稿日期: 2025-05-13; 修回日期: 2025-06-15
(本文编辑 覃洪含)