

基于环烯醚萜苷类成分评价不同种质地黄的质量[△]

耿晓桐^{1*}, 谢彩侠², 张楠³, 李金平⁴, 陈琼^{1#} (1. 信阳农林学院制药工程学院, 河南 信阳 464000; 2. 河南中医药大学药学院, 郑州 450000; 3. 信阳师范学院招生就业处, 河南 信阳 464000; 4. 河南息半夏药业有限公司, 河南 信阳 464000)

中图分类号 R917;R282 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2022)15-1833-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2022.15.08



摘要 目的 基于环烯醚萜类成分评价不同种质地黄的质量。方法 以6种种质(85-5、金九、BX、BJ-1、山东、QH-1)共18批地黄药材为研究对象,采用紫外分光光度法和高效液相色谱法测定地黄中总环烯醚萜苷、梓醇、地黄苷D、地黄苷A、益母草苷的含量;将上述含量测定结果经归一化处理后,采用聚类分析、因子综合分析及偏最小二乘判别分析(PLS-DA)等多元统计学方法评价不同种质地黄的质量。结果 6种种质地黄中总环烯醚萜苷含量最高的是85-5地黄,梓醇含量最高的是BX地黄,地黄苷D、地黄苷A含量最高的是金九地黄,益母草苷含量最高的是BX地黄。进一步经聚类分析发现,金九地黄聚为一类,BX地黄聚为一类,山东、BJ-1地黄聚为一类,QH-1、85-5地黄聚为一类。经因子综合分析发现,不同种质地黄的质量存在差异,BX、山东、85-5、BJ-1、QH-1、金九地黄的得分分别为2.283 9、1.689 1、1.664 8、1.503 3、1.469 0、1.214 6。经PLS-DA发现,总环烯醚萜苷、梓醇、益母草苷的变量重要性投影值均大于1。结论 不同种质地黄的质量差异可能是由总环烯醚萜苷、梓醇、益母草苷这三种成分造成的。

关键词 地黄;种质;环烯醚萜苷;多元统计学;质量评价

Evaluation of the quality of different germplasms of *Rehmannia glutinosa* based on iridoid glycosides

GENG Xiaotong¹, XIE Caixia², ZHANG Nan³, LI Jinping⁴, CHEN Qiong¹ (1. School of Pharmaceutical Engineering, Xinyang Agriculture and Forestry University, Henan Xinyang 464000, China; 2. College of Pharmacy, Henan University of Chinese Medicine, Zhengzhou 450000, China; 3. Admissions Employment Office, Xinyang Normal University, Henan Xinyang 464000, China; 4. Henan Xibanxia Pharmaceutical Company Limited, Henan Xinyang 464000, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE** To evaluate the quality of different germplasms of *Rehmannia glutinosa* based on iridoid glycosides. **METHODS** The contents of total iridoid glycosides, catalpol, rehmannioside D, rehmannioside A, and leonuride in 18 batches of *R. glutinosa* from 6 germplasms (85-5, JinJiu, BX, BJ-1, Shandong, QH-1) were determined by ultraviolet spectrophotometry and high performance liquid chromatography. After normalization of the above content determination results, the quality of different germplasm of *R. glutinosa* were evaluated by multiple statistical methods such as cluster analysis, factor comprehensive analysis and partial least squares discriminant analysis (PLS-DA). **RESULTS** Among 6 germplasms of *R. glutinosa*, the content of total iridoid glycosides in *R. glutinosa* 85-5 was the highest, and the content of catalpol in *R. glutinosa* BX was the highest; the contents of rehmannioside D and rehmannioside A in *R. glutinosa* JinJiu were the highest, and the content of leonuride in *R. glutinosa* BX was the highest. Cluster analysis showed that *R. glutinosa* JinJiu were clustered into one category, *R. glutinosa* BX clustered into one category, *R. glutinosa* Shandong and *R. glutinosa* BJ-1 were clustered into one category, and *R. glutinosa* QH-1 and 85-5 were clustered into one category. Through factor comprehensive analysis, there were differences in the quality of different germplasms of *R. glutinosa*. The comprehensive score of *R. glutinosa* BX, Shandong, 85-5, BJ-1, QH-1, JinJiu were 2.283 9, 1.689 1, 1.664 8, 1.503 3, 1.469 0, 1.214 6, respectively. PLS-DA showed that variable importance projection value of total iridoid glycosides, catalpol and leonuride were all higher than 1. **CONCLUSIONS** The quality difference of *R. glutinosa* from different germplasms may be caused by total iridoid glycosides, catalpol and leonuride.

KEYWORDS *Rehmannia glutinosa*; germplasms; iridoid glycosides; multivariate statistics; quality evaluation

[△] 基金项目 国家自然科学基金资助项目(No.82073952);2020年度河南省创新示范专项(No.201111310900)

* 第一作者 助教, 硕士。研究方向: 中药质量控制。E-mail: 825630046@qq.com

通信作者 教授。研究方向: 中药新剂型与新技术。E-mail: 599299467@qq.com

地黄 *Rehmannia glutinosa* 是玄参科地黄属多年生草本植物,始载于《神农本草经》,含有环烯醚萜苷类、苯乙醇苷类、糖类、紫罗兰酮、氨基酸类等多种化学成分^[1-3],具有增强免疫力、降血糖、抗氧化等多种功效^[4]。明代李

时珍在《本草纲目》中曰：“今人以怀庆地黄为上，亦各处随时兴废不同尔”，这说明自古以来河南一直为地黄的道地产区，故河南产地黄亦称为“怀地黄”。

河南作为地黄道地产区，种植着不同种质(主要有85-5、金九、BX、BJ-1、山东、QH-1)的地黄^[1-2,5-6]，不同种质的地黄其表型性状差异较大^[6]，从而影响了地黄的道地性以及临床药效。2020版《中国药典》(一部)规定，地黄的指标性成分为梓醇和地黄苷D^[7]，二者均属于环烯醚萜苷类成分^[6]；另外，已报道的地黄苷A也属于环烯醚萜苷类成分，这类成分多以益母草苷为母体结构，具有良好的免疫活性，还可促进神经功能恢复^[8-11]。由此推测，环烯醚萜苷类成分可能是地黄的主要特征成分。基于此，本研究以85-5、金九、BX、BJ-1、山东、QH-1 6种种质共18批地黄药材为研究对象，采用紫外分光光度法和高效液相色谱法测定总环烯醚萜苷、梓醇、地黄苷D、地黄苷A及益母草苷的含量，再利用聚类分析、因子综合分析及偏最小二乘判别分析(partial least squares discriminant analysis, PLS-DA)等多元统计学方法对不同种质地黄的质量进行分析，以期对地黄的质量评价与控制提供参考。

1 材料

1.1 主要仪器

本研究所用主要仪器有KQ-700DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、AL204型万分之一电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]、MS105DU型十万分之一电子天平[奥豪斯仪器(上海)有限公司]、101-3AB型电热恒温鼓风干燥箱(北京中兴伟业仪器有限公司)、WFZUV-2000型紫外-可见分光光度计[尤尼柯(上海)仪器有限公司]、Waters2695型高效液相色谱仪(美国Waters公司)。

1.2 主要药品与试剂

本研究所用主要药品与试剂有梓醇(成都曼思特生物科技有限公司,批号MUST-17102510,纯度99.46%)、地黄苷A、地黄苷D(四川维克奇生物科技有限公司,批号分别为150513、150412,纯度均不低于98.00%)、益母草苷对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号L10A6Y2298,纯度98.00%)、甲醇、无水乙醇(天津市致远化学试剂有限公司,分析纯)、2,4-二硝基苯肼(天津市大茂化学试剂厂,分析纯);其余试剂为实验室常用规格,水为蒸馏水。

本研究所用85-5、金九、BX、BJ-1、山东、QH-1共6种种质地黄均来自于道地产区河南省焦作市温县武德镇亢村地黄种植基地,每种种质地黄在其生长期均统一管理。根据地黄的生长发育规律,在地黄成熟期进行采收,每种种质地黄均随机选取10株长势一致的植株,分别采集其块根。将新鲜地黄块根洗净,切成约5 mm长的小块,于55℃条件下干燥后,打粉过50目筛,保存于干燥器中备用。不同种质的地黄样品信息见表1。

表1 不同种质的地黄样品信息

样品编号	种质	样品编号	种质
S1~S3	85-5	S10~S12	BJ-1
S4~S6	金九	S13~S15	山东
S7~S9	BX	S16~S18	QH-1

2 方法与结果

2.1 地黄中总环烯醚萜苷的含量测定方法

2.1.1 供试品溶液的制备 精密称取地黄粉末约1.0 g,加70%乙醇10 mL,称质量,超声提取45 min;补足减失的质量,过滤,取续滤液至50 mL容量瓶中,加70%乙醇定容,摇匀;精密量取上述定容后的溶液2.5 mL于50 mL容量瓶中,再加70%乙醇定容,摇匀,即得供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取梓醇对照品2.10 mg,置于25 mL容量瓶中,加70%乙醇定容,经0.22 μm微孔滤膜过滤,即得梓醇质量浓度为0.084 0 mg/mL的对照品溶液。

2.1.3 待测样品的处理 取供试品溶液或对照品溶液1 mL,置于10 mL容量瓶中,加入1 mol/L盐酸溶液2 mL,摇匀,于90℃水浴15 min;室温静置放冷,加2,4-二硝基苯肼-乙醇溶液0.5 mL,摇匀,于90℃水浴25 min;室温静置放冷,再加入1 mol/L NaOH-乙醇溶液3 mL,摇匀,室温静置1 h。以70%乙醇作为空白对照,采用紫外分光光度法^[12],于462 nm波长下检测样品的吸光度。每份样品重复测定3次。

2.1.4 标准曲线的绘制 分别配制梓醇质量浓度分别为0.017 6、0.034 4、0.043 1、0.053 8、0.067 2、0.084 0 mg/mL的对照品溶液,按“2.1.3”项下方法测定吸光度,以梓醇质量浓度为横坐标(X)、吸光度为纵坐标(Y),进行线性回归,得到总环烯醚萜苷的回归方程为 $Y=10.793 0X-0.098 4$ ($r=0.999 2$),检测质量浓度线性范围为0.017 6~0.084 0 mg/mL。

2.1.5 精密度试验 取“2.1.2”项下对照品溶液,按“2.1.3”项下方法处理后,采用紫外分光光度法^[12],连续测定6次,记录吸光度值,计算得总环烯醚萜苷吸光度的RSD为0.97%($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.1.6 稳定性试验 取供试品溶液(编号S17)按“2.1.3”项下方法处理后,于室温放置0、30、60、90、120、150 min后,采用紫外分光光度法^[12],连续测定6次,记录吸光度值,计算得总环烯醚萜苷吸光度的RSD为1.43%($n=6$),表明供试品溶液在室温放置150 min内稳定性良好。

2.1.7 重复性试验 称取S17样品6份,按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.3”项下方法处理后,采用紫外分光光度法^[12]测定吸光度,根据标准曲线计算总环烯醚萜苷含量。结果显示,总环烯醚萜苷含量的RSD为3.86%($n=6$),表明该方法重复性良好。

2.1.8 加样回收率试验 精密称取S17样品9份,各0.5 g,按与已知成分含量0.5:1、1:1、1.5:1的比例分别加入

梓醇对照品 3.375、6.750、10.125 mg,各比例平行 3 份,按“2.1.1”及“2.1.3”项下方法制备供试品溶液并处理后,采用紫外分光光度法^[12]测定吸光度,再根据标准曲线计算总环烯醚萜苷含量,并计算加样回收率。结果显示,总环烯醚萜苷的平均加样回收率为 97.39%,RSD 为 1.77%($n=9$),表明该方法准确可靠。

2.2 地黄中梓醇的含量测定方法

根据 2020 版《中国药典》(一部)地黄“含量测定”项下方法测定梓醇的含量^[6]。精密称取梓醇对照品 5.79 mg,置于 5 mL 容量瓶中,加流动相定容,经 0.22 μm 微孔滤膜过滤,即得梓醇质量浓度为 1.158 mg/mL 的对照品母液。另按上述药典方法制备供试品溶液。取梓醇对照品母液和供试品溶液适量,按上述方法进样测定,记录色谱图。结果显示,梓醇色谱峰分离度较好,无干扰。结果见图 1。

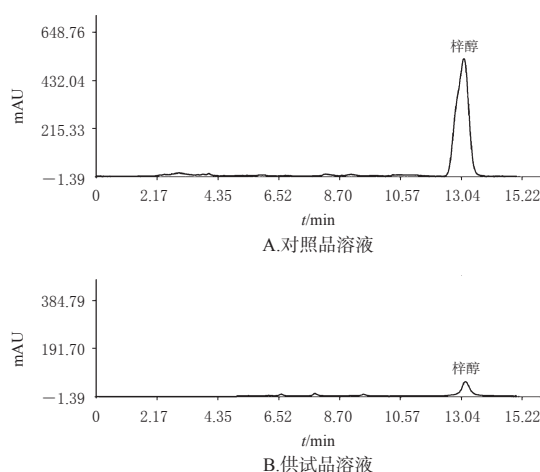


图 1 梓醇的高效液相色谱图

取上述梓醇对照品母液,梯度稀释成梓醇质量浓度分别为 0.063 7、0.379 0、0.593 0、0.741 1、1.158 0 mg/mL 的系列溶液,按 2020 版《中国药典》(一部)地黄“含量测定”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以峰面积为纵坐标(Y)、质量浓度为横坐标(X)进行线性回归,得到回归方程为 $Y=2\ 881\ 963.989X-159\ 447.8927$ ($r=0.999\ 5$),梓醇的检测质量浓度线性范围为 0.063 7~1.158 0 mg/mL。

2.3 地黄中地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷成分的含量测定方法

2.3.1 色谱条件 色谱柱为 Waters C_{18} (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈-水(体积比 4:96);检测波长为 205 nm;流速为 1.0 mL/min;柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$;进样量为 20 μL ^[13]。

2.3.2 对照品溶液的制备 分别精密称量地黄苷 A、地黄苷 D 对照品各 5.98 mg,置于不同的 10 mL 容量瓶中,以流动相溶解并定容,经 0.22 μm 微孔滤膜过滤,配制地黄苷 A、地黄苷 D 质量浓度均为 0.598 0 mg/mL 的单一对照品溶液。另精密称取益母草苷对照品 5.16 mg,置

于 5 mL 容量瓶中,以流动相溶解并定容,经 0.22 μm 微孔滤膜过滤,配制益母草苷质量浓度为 1.032 0 mg/mL 的单一对照品溶液。取上述各成分单一对照品溶液适量,混合,即得混合对照品溶液。

2.3.3 供试品溶液的制备 精密称量地黄粉末 0.5 g,置于锥形瓶中,加入 60% 甲醇 50 mL,称定质量;超声提取 40 min,冷却至室温,补足减失的质量,过滤;取续滤液 20 mL 于蒸发皿中,水浴挥干,残渣以流动相溶解并定容至 10 mL 容量瓶中,即得。

2.3.4 系统适用性试验 取“2.3.2”项下混合对照品溶液和“2.3.3”项下供试品溶液适量,按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果显示,地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷色谱峰的分离度均较好,无干扰,结果见图 2。

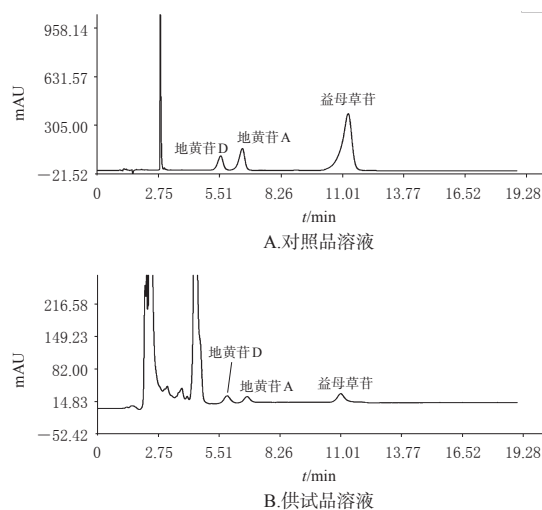


图 2 地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷的高效液相色谱图

2.3.5 线性关系考察 分别精密吸取“2.3.2”项下地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷单一对照品溶液各适量,用流动相分别稀释成地黄苷 D 质量浓度分别为 0.037 4、0.074 8、0.149 5、0.299 0、0.598 0 mg/mL 的系列溶液,地黄苷 A 质量浓度分别为 0.026 3、0.100 3、0.196 0、0.306 2、0.382 7、0.598 0 mg/mL 的系列溶液,益母草苷质量浓度分别为 0.045 4、0.173 1、0.338 1、0.660 4、1.032 0 的系列溶液,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定。以峰面积为纵坐标(Y)、各成分质量浓度为横坐标(X)进行线性回归。结果显示,地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷成分在各自质量浓度范围内均呈现出良好的线性关系,具体见表 2。

表 2 地黄中地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷的线性关系考察结果

成分	回归方程	r	线性范围/(mg/mL)
地黄苷 D	$Y=4\ 794\ 180.406\ 7X-170\ 833.623\ 7$	0.999 4	0.037 4~0.598 0
地黄苷 A	$Y=8\ 334\ 292.044\ 5X-249\ 803.175\ 4$	0.999 4	0.026 3~0.598 0
益母草苷	$Y=2\ 425\ 077.502\ 0X-458.125\ 3$	0.999 7	0.045 4~1.032 0

2.3.6 精密度考察 取“2.3.2”项下各单一对照品溶液适量,按“2.3.1”项下色谱条件重复进样 6 次,计算地黄苷 D、地黄苷 A、益母草苷峰面积的 RSD 分别为 3.01%、2.51%、0.74% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.3.7 稳定性考察 取供试品溶液(S1样品)于室温放置0、1、2、3、4、5 h时,按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,计算得地黄苷D、地黄苷A、益母草苷峰面积的RSD分别为1.80%、2.00%、0.51%(n=6),表明供试品溶液在室温放置5 h内稳定性良好。

2.3.8 重复性考察 取S1样品6份,按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,并按“2.3.1”色谱条件进样测定,再根据标准曲线计算地黄苷D、地黄苷A、益母草苷的含量。结果显示,这3种成分含量的RSD分别为1.53%、2.77%、1.53%(n=6),表明该方法重复性良好。

2.3.9 加样回收率试验 精密称取S7样品9份,各0.25 g,按照与已知成分含量0.5:1、1:1、1.5:1的比例分别加入地黄苷D对照品0.607 9、1.215 8、1.823 7 mg,地黄苷A对照品0.561 4、1.122 8、1.684 2 mg,益母草苷对照品0.489 4、0.978 8、1.468 2 mg,各比例平行3份;按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,并按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,再根据标准曲线计算含量,并计算加样回收率。结果显示,地黄苷D、地黄苷A、益母草苷的平均加样回收率分别为98.46%、97.51%、99.08%,RSD分别为1.85%、2.00%、1.24%(n=9),表明该方法准确可靠。

2.4 不同种质地黄中环烯醚萜苷类成分的含量测定

2.4.1 不同种质地黄中总环烯醚萜苷的含量测定 取18批地黄样品按“2.1.1”及“2.1.3”项下方法制备供试品溶液并处理后,采用紫外分光光度法^[12]测定样品中总环烯醚萜苷的含量。结果显示,6种种质地黄中总环烯醚萜苷含量从高到低依次为85-5>QH-1>BX>山东>BJ-1>金九,结果见表3。

表3 不同种质地黄中总环烯醚萜苷的含量测定结果

种质	样品编号	含量/%	种质	样品编号	含量/%	种质	样品编号	含量/%
85-5	S1	6.95	山东	S7	4.51	BJ-1	S13	4.41
	S2	6.90		S8	4.62		S14	4.54
	S3	7.00		S9	4.45		S15	4.38
BX	S4	4.75	金九	S10	3.42	QH-1	S16	5.07
	S5	4.97		S11	3.47		S17	5.12
	S6	4.69		S12	3.40		S18	5.15

2.4.2 不同种质地黄中梓醇的含量测定 取18批地黄样品按“2.2”项下方法测定梓醇的含量。结果显示,6种种质地黄中梓醇含量最高的是BX地黄,其次是山东地黄、金九地黄,其余3种种质地黄中梓醇的含量差异不大。结果见表4。

表4 不同种质地黄中梓醇的含量测定结果

种质	样品编号	含量/%	种质	样品编号	含量/%	种质	样品编号	含量/%
85-5	S1	3.028 8	山东	S7	3.513 0	BJ-1	S13	3.036 3
	S2	3.061 8		S8	3.560 3		S14	3.027 1
	S3	3.090 6		S9	3.494 6		S15	3.055 9
BX	S4	4.791 0	金九	S10	3.155 9	QH-1	S16	3.094 1
	S5	4.685 2		S11	3.209 7		S17	3.006 8
	S6	4.759 0		S12	3.175 5		S18	3.063 3

2.4.3 不同种质地黄中地黄苷D、地黄苷A、益母草苷的含量测定 取18批地黄样品按“2.3”项下方法测定地黄

苷D、地黄苷A、益母草苷的含量。结果显示,6种种质地黄中地黄苷D、地黄苷A含量最高的是金九地黄,益母草苷含量最高的是BX地黄,具体见表5。

表5 不同种质地黄中地黄苷D、地黄苷A、益母草苷的含量测定结果

种质	样品编号	地黄苷D/%	地黄苷A/%	益母草苷/%
85-5	S1	0.434 7	0.303 3	0.998 8
	S2	0.413 7	0.298 0	0.971 6
	S3	0.420 2	0.300 4	1.031 7
BX	S4	0.309 0	0.315 6	1.247 3
	S5	0.305 0	0.292 9	1.244 4
	S6	0.297 0	0.303 2	1.284 8
山东	S7	0.445 4	0.258 3	0.958 9
	S8	0.423 9	0.261 2	0.981 3
	S9	0.438 0	0.263 8	1.003 1
金九	S10	0.579 1	0.457 3	0.407 7
	S11	0.601 5	0.475 2	0.418 8
	S12	0.597 2	0.474 2	0.416 6
BJ-1	S13	0.527 7	0.298 1	1.082 4
	S14	0.511 8	0.293 5	1.066 4
	S15	0.533 5	0.293 3	1.118 9
QH-1	S16	0.380 1	0.285 6	0.676 8
	S17	0.384 0	0.298 2	0.696 3
	S18	0.370 4	0.294 5	0.698 2

2.5 不同种质地黄的聚类分析

为了更直观地分析不同种质地黄质量的差异性及相似性,笔者将其环烯醚萜苷类成分的含量测定结果经Origin 2019软件归一化处理,绘制聚类热图(见图3,颜色由红到绿表示地黄中该成分含量越高)。结果显示,6种种质地黄可聚为4类:金九地黄聚为一类,特征为地黄苷D、地黄苷A含量较高;BX地黄聚为一类,特征为梓醇、益母草苷含量较高;山东、BJ-1地黄聚为一类,特征为益母草苷含量较高;QH-1、85-5地黄聚为一类,特征为总环烯醚萜苷量较高。其中,85-5、QH-1地黄中总环烯醚萜苷含量均明显高于其他种质地黄,BX地黄中梓醇含量明显高于其他种质地黄,金九地黄中地黄苷D、地黄苷A含量均明显高于其他种质地黄,BX、山东、BJ-1地黄中益母草苷含量均明显高于其他种质地黄。

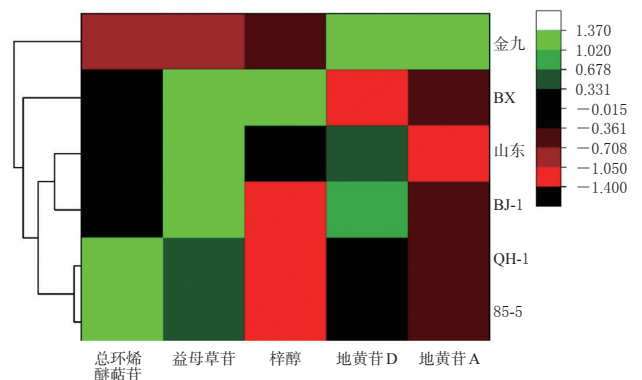


图3 不同种质地黄中环烯醚萜苷类成分含量的聚类热图

2.6 不同种质地黄的因子综合分析

基于多成分多指标的因子综合评价多元统计方法可以较为全面、客观地反映药材的真实质量^[13]。本研究首先利用单因素方差分析获得总环烯醚萜苷类成分在不同种质地黄中的重要程度(见表6)。结果显示,不同种质地黄中总环烯醚萜苷类成分具有显著性差异,说明种质对地黄总环烯醚萜苷类成分的含量有显著影响。

表6 不同种质地黄中总环烯醚萜苷成分的单因素方差分析结果

方差来源	离差平方和	自由度	均方	F	P
组间	20.290	5	4.058	582.014	0.000
组内	0.084	12	0.07		
总变差	20.373	17			

其次,对不同种质地黄中总环烯醚萜苷、梓醇、地黄苷A、地黄苷D、益母草苷的特征值及方差贡献率进行综合分析(见表7)。结果显示,方差累计贡献率达83.633%,特征值均大于1;提取到2个主成分,可基本表征地黄药材的质量,其中第一公因子在变量地黄苷D、地黄苷A、益母草苷中有较大载荷,第二公因子在变量梓醇、总环烯醚萜苷中有较大载荷。以各公因子对应的方差贡献率为权重计算各种质地黄的综合得分^[14],来综合评价不同种质地黄药材的质量。结果显示,BX、山东、85-5、BJ-1、QH-1、金九地黄综合得分分别为2.283 9、1.689 1、1.664 8、1.503 3、1.469 0、1.214 6,说明不同种质地黄的质量存在差异。

表7 不同种质地黄主成分分析的特征值与方差贡献率

主成分	特征值	贡献率/%	累计方差贡献率/%	主要载荷因子
1	2.956	59.122	59.122	地黄苷D、地黄苷A、益母草苷
2	1.226	24.511	83.633	梓醇、总环烯醚萜苷

2.7 不同种质地黄差异成分的筛选

为进一步筛选导致不同种质地黄质量差异的关键成分,笔者将其环烯醚萜苷类成分的含量测定结果作为变量值输入到SIMCA 14.1软件中,以变量重要性投影值大于1为筛选标准^[15],进行PLS-DA。结果显示,总环烯醚萜苷、梓醇、益母草苷的变量重要性投影值均大于1,说明这3种成分可能是造成不同种质地黄质量差异的主要环烯醚萜苷成分。

3 讨论

中药具有复杂性、整体性等特征,单纯的指标性成分含量测定并不能反映中药的整体质量特征^[6],因此本研究在《中国药典》规定的梓醇、地黄苷D等指标性成分基础上,对地黄中总环烯醚萜苷、地黄苷A、益母草苷进行了测定。结果表明,不同种质地黄中环烯醚萜苷类成分含量存在一定的差异;进一步经聚类分析发现,金九地黄单独聚为一类,BX地黄单独聚为一类,山东、BJ-1地黄聚为一类,QH-1、85-5地黄聚为一类。

因子综合分析结果显示,上述5种成分均作为主成分信息来反映地黄的质量,但每种成分的贡献度不同,地黄苷D、地黄苷A、益母草苷以第一主成分信息表征了不同种质地黄的化学质量差异,梓醇、总环烯醚萜苷以第二主成分信息表征了其化学质量差异。进一步以各

公因子对应的方差贡献率为权重计算各种质地黄的综合得分,结果发现,综合得分排名依次为BX>山东>85-5>BJ-1>QH-1>金九。由此可见,不同种质地黄中环烯醚萜苷类成分的含量存在差异。为了筛选导致不同种质地黄质量差异的关键成分,笔者结合PLS-DA,以变量重要性投影值大于1筛选出总环烯醚萜苷、梓醇、益母草苷可能是造成不同种质地黄质量差异的主要环烯醚萜苷类成分。

综上所述,不同种质地黄的质量差异可能是由总环烯醚萜苷、梓醇、益母草苷这3种成分造成的。

参考文献

- [1] 耿晓桐,王丰青,苏秀红,等.近红外光谱法快速测定怀地黄中总苯乙醇苷、总环烯醚萜苷的含量[J].中国药房,2019,30(2):225-231.
- [2] 耿晓桐,王丰青,谢彩侠,等.怀地黄叶片中总环烯醚萜苷及总苯乙醇苷含量快速分析模型的建立[J].天然产物研究与开发,2019,31(5):786-796,901.
- [3] 王太霞,李景原,胡正海.怀地黄块根的形态发生和结构发育[J].西北植物学报,2003,23(7):161-167.
- [4] 张汝学,贾正平,李茂星,等.地黄寡糖对2型糖尿病大鼠外周血象、激素水平和胰岛病理学的影响[J].西北国防医学杂志,2009,30(3):161-164.
- [5] 朱建光,王丰青,谢彩侠,等.不同种质地黄块根菊花心表型性状及HPLC指纹图谱特征分析[J].中国实验方剂学杂志,2019,25(12):166-173.
- [6] 谢彩侠,李雅静,张苗,等.怀地黄中地黄苷A、地黄苷D及益母草苷含量快速分析方法的建立[J].中国实验方剂学杂志,2018,24(6):47-54.
- [7] 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,2020:129.
- [8] 王慧森,刘明,李更生,等.鲜地黄提取物中3种原型入血成分的含量测定[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(12):66-70.
- [9] 王军,于震,李更生,等.地黄苷A对“阴虚”及免疫功能低下小鼠的药理作用[J].中国药学杂志,2002,37(1):20-22.
- [10] 于震,王军,李更生,等.地黄苷D滋阴补血和降血糖作用的实验研究[J].辽宁中医杂志,2001,28(4):240-242.
- [11] 王祥煜,周霞,刘炬,等.地黄梓醇对中风后抑郁大鼠行为学影响及机制研究[J].康复学报,2022,32(1):40-47.
- [12] 吉雪琪,孙鹏,祁建军,等.地黄生长期根叶中梓醇及总环烯醚萜苷含量变化[J].中国中药杂志,2014,39(3):466-470.
- [13] 谢彩侠,张苗,李雅静,等.怀地黄块根中菊花心与非菊花心部位的化学质量特征比较[J].中国中药杂志,2017,42(21):4172-4179.
- [14] 陶晓赛,李雅静,谢彩侠,等.基于皂苷类成分结合多元统计学评价不同产地盾叶薯蓣的质量特征[J].中药材,2021,44(2):304-310.
- [15] 陶晓赛,龚海燕,谢彩侠,等.基于UPLC指纹图谱结合化学计量学评价不同产地盾叶薯蓣药材质量[J].中草药,2021,52(1):227-233.

(收稿日期:2022-02-11 修回日期:2022-06-15)

(编辑:唐晓莲)