

不同产地加工方法对何首乌饮片质量的影响

苏晓^{1,2}, 冯伟红², 李尧尧², 刘晓谦², 李春^{2*}, 王智民^{2*}
(1. 天津中医药大学, 天津 300100;
2. 中国中医科学院 中药研究所 中药质量控制技术国家工程实验室, 北京 100700)

〔摘要〕 目的:研究不同产地加工方法对何首乌饮片中二苯乙烯苷和蒽醌类成分含量的影响,为该饮片产地加工方法的建立提供依据。方法:将新鲜何首乌药材分别切成 5,10,12 mm 的片,或者 8 mm³ 和 12 mm³ 的方块,经晒干或 60,70,80 ℃ 烘干处理制成不同何首乌饮片。采用 UPLC 测定不同何首乌饮片 中二苯乙烯苷和蒽醌类成分的含量,考察不同加工方法对何首乌饮片质量的影响,流动相乙腈(A)-0.1% 甲酸水溶液(B)梯度洗脱(0~4.5 min,10%~35% A,4.5~6.5 min,35%~100% A),检测波长 280 nm,流速 0.6 mL·min⁻¹,进样量 1 μL。结果:二苯乙烯苷、大黄素 8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素甲醚 8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素和大黄素甲醚的进样量分别在 0.187 2~2.34,0.007 72~0.096 5,0.001 688~0.021 1,0.008 28~0.103 5,0.002 976~0.037 2 μg 与各自峰面积积分值成良好线性关系。5 种成分的平均加样回收率分别为 99.99%,100.70%,98.22%,98.12% 和 97.90%,RSD 分别为 1.7%,1.0%,1.8%,1.0% 和 2.7%。不同加工方法的何首乌中待测成分的含量有一定规律性,干燥温度相同,饮片厚度增大,待测成分含量趋向增高。二苯乙烯苷,大黄素和大黄素甲醚的含量均以 8 mm³ 块 80 ℃ 烘干品质量分数最高,大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷以 12 mm 厚片 80 ℃ 烘干品含量最高,大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷以 10 mm 厚片晒干品含量最高。结论:不同加工方法对何首乌有效成分的含量影响较大,而且切制方式和规格对待测成分含量的影响大于干燥方式和干燥温度,为何首乌产地加工方式的选择提供了一定的依据。

〔关键词〕 何首乌; 产地加工; 二苯乙烯苷; 蒽醌; 超高效液相色谱法; 饮片
〔中图分类号〕 R283.3;R943.1;R284.1;R282.4 〔文献标识码〕 A 〔文章编号〕 1005-9903(2017)13-0018-06
〔doi〕 10.13422/j.cnki.syfx.2017130018
〔网络出版地址〕 <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170420.0931.012.html>
〔网络出版时间〕 2017-04-20 9:31

Effect of Different Habitat Processing Methods on
Quality of Polygoni Multiflori Radix Pieces

SU Xiao^{1,2}, FENG Wei-hong², LI Rao-rao², LIU Xiao-qian², LI Chun^{2*}, WANG Zhi-min^{2*}

(1. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300100, China;
2. National Engineering Laboratory for Quality Control Technology of Chinese Herbal Medicines,
Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

〔Abstract〕 Objective: To optimize the habitat processing methods of Polygoni Multiflori Radix (PMR) by determining the contents of stilbene glycoside and anthraquinones in PMR processed by different methods. Method: The fresh PMR was cut into slices of 5 mm, 10 mm and 12 mm, or cubes of 8 mm³ and 12 mm³, then dried in the sun or stoved at 60 ℃, 70 ℃ or 80 ℃. The contents of stilbene glycoside and anthraquinones in the processed PMR were determined by UPLC for investigating the influences of different processing methods on the quality of PMR. Result: Linearity ranges of stilbene glycoside, emodin 8-*O*-β-*D*-glucopyranoside, physcion 8-*O*-

〔收稿日期〕 20170119(011)
〔基金项目〕 国家自然科学基金项目(815032338);国家中医药行业科技专项(201507002-2,201507002-3)
〔第一作者〕 苏晓,在读硕士,从事中药化学研究,Tel:18613325868,E-mail:517447299@qq.com
〔通讯作者〕 *李春,研究员,从事中药化学研究,E-mail:cli@icmm.ac.cn;
*王智民,研究员,从事中药化学研究,E-mail:zhmw123@263.net

β -D-glucopyranoside, emodin and physcion were in 0.187 2-2.34, 0.007 72-0.096 5, 0.001 688-0.021 1, 0.008 28-0.103 5, 0.002 976-0.037 2 μg , The average recoveries of these five analytes were 99.99%, 100.70%, 98.22%, 98.12% and 97.90% with RSDs of 1.7%, 1.0%, 1.8%, 1.0% and 2.7%, respectively. The contents of analytes in different processed products of PMR presented a certain regularity. At the same drying temperature, the contents of analytes increased with the slices or cubes thickness increased. The contents of stilbene glycoside, emodin and physcion were the highest in PMR which was cut into 8 mm³ cubes dried at 80 $^{\circ}\text{C}$, the content of emodin 8-O- β -D-glucopyranoside was highest in PMR which was cut into 12 mm thick pieces dried at 80 $^{\circ}\text{C}$, and the content of physcion 8-O- β -D-glucopyranoside was the highest in PMR which was cut into 10 mm thick pieces dried at sunlight. **Conclusion:** The contents of analytes are affected by the habitat processing methods, and cutting methods and specifications have greater influence on the contents of ingredients in PMR than the drying methods and drying temperatures. This paper provides the basis for the selection of habitat processing methods of PMR.

[**Key words**] Polygoni Multiflori Radix; processing in producing areas; stilbene glycoside; anthraquinones; ultra performance liquid chromatography (UPLC); pieces

何首乌具有解毒、截疟、消痈、润肠通便之功效，主要用于瘰癧、疮痈、久疟体虚、肠燥便秘等证^[1]。现代药理研究表明何首乌具有抗衰老、增强免疫力、抗肿瘤、保肝、止痛抗菌等活性^[2]。对何首乌的功效物质基础主要集中在 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(简称二苯乙烯苷)类^[3]和蒽醌类^[4]成分上。二苯乙烯苷类成分具有抗衰老、降低胆固醇和保护肝脏等作用,蒽醌类可分为游离型蒽醌和结合型蒽醌,具有降血脂、抗菌、解毒、润肠通便等作用^[5]。

产地加工是形成中药材质量的重要环节,2015 年版《中国药典》中规定何首乌“秋、冬二季叶枯萎时采挖,削去两端,洗净,个大的切成块,干燥”^[1],但未见具体的切片厚度要求。何首乌主产于我国贵州、广东、四川、广西等地,其产地加工方法和条件不一,无规范化的技术指南,存在一定的随意性^[6]。有关产地加工方法对何首乌中主要成分含量的影响已有不少文献报道。侯明月等^[7]研究了何首乌中二苯乙烯苷含量以 100 $^{\circ}\text{C}$ 烘干较高;刘振丽等^[8]研究表明阴干法二苯乙烯苷含量较高;寇婉青等^[9]研究表明将鲜何首乌低温烘干后再水洗闷润切厚片的方式制得的饮片中二苯乙烯苷和蒽醌类成分含量均高于传统加工方式,且品质较佳;杨艳菁等^[10]以何首乌晒干,6 mm 厚片品质较佳;罗益远等^[11]研究表明二苯乙烯苷及结合蒽醌总量以厚片晒干含量较高,游离蒽醌总量以厚片 70 $^{\circ}\text{C}$ 烘干含量较高,儿茶素在薄片 40 $^{\circ}\text{C}$ 含量较高,何首乌厚片晒干品质较佳;何首乌的核苷类成分研究表明厚片 80 $^{\circ}\text{C}$ 烘干品质较佳^[12];李悦等^[13]研究表明切块厚度 7~9 mm,

41~45 $^{\circ}\text{C}$ 烘干品质较佳。目前产地加工方法虽然研究较多但结论各不相同,以致至今仍无统一标准。

依据 2015 年版《中国药典》及各地炮制规范中何首乌饮片的相关规定,本实验拟对其产地加工方法进行系统研究。各地炮制通则中何首乌的饮片切制规格为切片,厚度 0.2~1.0 cm,考虑到产地加工后的何首乌多半经炮制后成制何首乌流通于市场,而何首乌质地较松泡,片度过薄不适合长时间炮制,故切片厚度选择 5,10,12 mm 共 3 种规格;2015 年版《中国药典》规定何首乌饮片为不规则的厚片或块,附录 II D 炮制通则中规定切制品块状规格是 8~12 mm³ 的方块,故选择 8 mm³ 方块和 12 mm³ 方块。以二苯乙烯苷和 4 个蒽醌单体成分为检测指标,结合主成分分析等多元统计分析方法,考察不同产地加工方法(不同切制规格、干燥方式和干燥温度)对何首乌质量的影响。

1 材料

ACQUITY UPLC H-Class 型超高效液相色谱仪(美国沃特世公司),XS205 型 1/10 万电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司)。2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(二苯乙烯苷),大黄素和大黄素甲醚对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 110844-200908,110756-200110,110758-201013,纯度依次为 95.4%,98.7%,99.8%);大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷对照品(成都普思生物科技股份有限公司,批号 23313-21-5,纯度 $\geq$ 98%),大黄素甲醚-8-O- β -D-葡萄糖苷对照品(购自四川省维克奇生物科技有限公司,批号 26296-54-8,纯度 $\geq$ 98%),水为屈臣氏水,乙腈、甲醇为色谱纯,

其他试剂均为分析纯。何首乌药材于 2016 年 11 月采自贵州省施秉县牛大场镇山口村何首乌规范化种植基地,经中国中医科学院中药研究所李尧尧副研究员鉴定为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* 的新鲜块根。同一批鲜何首乌药材在实验室自己切制加工成不同规格的生何首乌饮片,设计不同的干燥方法和干燥温度模拟产地加工,药材信息见表 1。

表 1 何首乌样品的信息

Table 1 Information of Polygoni Multiflori Radix samples

No.	切片规格	干燥方法	编号	切片规格	干燥方法
S1	5 mm 片	晒干	S11	12 mm 片	70 ℃烘干
S2	5 mm 片	60 ℃烘干	S12	12 mm 片	80 ℃烘干
S3	5 mm 片	70 ℃烘干	S13	8 mm ³ 块	晒干
S4	5 mm 片	80 ℃烘干	S14	8 mm ³ 块	60 ℃烘干
S5	10 mm 片	晒干	S15	8 mm ³ 块	70 ℃烘干
S6	10 mm 片	60 ℃烘干	S16	8 mm ³ 块	80 ℃烘干
S7	10 mm 片	70 ℃烘干	S17	12 mm ³ 块	晒干
S8	10 mm 片	80 ℃烘干	S18	12 mm ³ 块	60 ℃烘干
S9	12 mm 片	晒干	S19	12 mm ³ 块	70 ℃烘干
S10	12 mm 片	60 ℃烘干	S20	12 mm ³ 块	80 ℃烘干

2 方法与结果

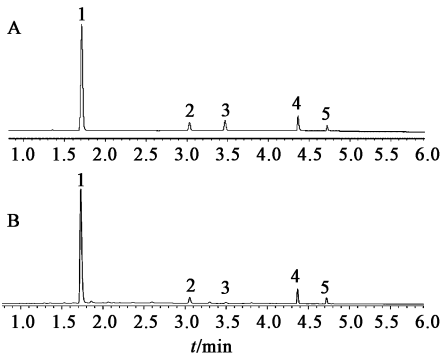
2.1 样品的制备

2.1.1 不同切制规格样品 根据全国各地炮制规范中的产地加工方法,将鲜何首乌洗净、切去两端,切制规格有切片(厚度分别为 5,10,12 mm)和切块(长、宽、高均为 8 mm 或 12 mm 的立方块)。

2.1.2 不同干燥方法样品 将不同规格的何首乌切片、切块进行处理。晒干为将何首乌片或块直接摊晾在通风处晒干。烘干为将何首乌片或块分别在 60,70,80 ℃恒温烘箱中烘干。

2.2 色谱条件 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×50 mm,1.7 μm),流动相乙腈(A)-0.1% 甲酸水溶液(B)梯度洗脱(0~4.5 min,10%~35% A,4.5~6.5 min,35%~100% A),检测波长选择 280 nm,流速 0.6 mL·min⁻¹,柱温设定 30 ℃,进样量 1 μL。见图 1。

2.3 混合对照品溶液的制备 精密称取大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚对照品适量,分别加甲醇制成质量浓度分别为 0.193,0.422,0.414,0.186 g·L⁻¹ 的储备液。分别取上述储备液和二苯乙烯苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 分别含二苯乙烯苷 936 μg,大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷 38.6 μg,大黄素甲醚-8-



A. 混合对照品;B. 何首乌片;1. 二苯乙烯苷;2. 大黄素-8-β-*D*-葡萄糖苷;3. 大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷;4. 大黄素;5. 大黄素甲醚

图 1 何首乌饮片的 UPLC

Fig. 1 UPLC chromatograms of Polygoni Multiflori Radix pieces

O-β-*D*-葡萄糖苷 8.44 μg,大黄素 41.4 μg 和大黄素甲醚 14.88 μg 的混合对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备 取不同加工方法得到的何首乌样品,粉碎。取何首乌粉末(过四号筛)约 0.5 g,精密称定,置 50 mL 锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,称定质量,加热回流提取 1.5 h,取出,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.5 线性关系考察 分别吸取 2.3 项下混合对照品溶液 0.2,0.5,1,2,2.5 μL,按 2.2 项下色谱条件测定,以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,得二苯乙烯苷、大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚回归方程分别为 $Y=2 \times 10^6 X + 47\,194$ ($r=0.999$), $Y=5 \times 10^6 X - 632.93$ ($r=1.000$), $Y=5 \times 10^6 X + 1\,407.1$ ($r=1.000$), $Y=6 \times 10^6 X + 390.17$ ($r=0.999$), $Y=6 \times 10^6 X - 83.813$ ($r=0.999$), 线性范围分别为 0.187 2~2.34,0.007 72~0.096 5,0.001 688~0.021 1,0.008 28~0.103 5,0.003~0.037 2 μg。

2.6 精密度试验 取 2.4 项下同一份何首乌供试品溶液,于同 1 d 内按 2.2 项下色谱条件连续进样 6 次,结果二苯乙烯苷、大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.2%,1.2%,1.1%,0.1% 和 0.8%,表明仪器的精密度良好。

2.7 重复性试验 取同一批何首乌粉末(编号 S21,市售的 10 mm 何首乌片)约 0.5 g,精密称定,按 2.4 项下方法平行制备 6 份供试品溶液,按 2.2 项下色谱条件测定,计算二苯乙烯苷、大黄素-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素甲醚-8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚的平均质量分数分别为 51.294,0.945,0.171,2.878,1.052 mg·g⁻¹,RSD 分别为

1.4% ,1.2% ,1.8% ,1.1% ,1.3% ,表明该方法的重复性良好。

2.8 稳定性试验 取同一批何首乌粉末约 0.5 g,精密称定,按**2.4**项下方法制备供试品溶液,分别于制备后 0,2,4,6,8,12,24 h 按**2.2**项下色谱条件测定,结果二苯乙烯苷、大黄素-8-*O*- β -D-葡糖糖苷、大黄素甲醚-8-*O*- β -D-葡萄糖苷、大黄素和大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.9% ,1.1% ,1.7% ,0.8% 和 1.4% ,结果表明供试品溶液在 24 h 内的稳定性良好。

2.9 加样回收试验 精密称取同一批何首乌粉末约 0.05 g,按 1:1 的比例精密加入 102.4 mg·L⁻¹

二苯乙烯苷对照品溶液 25 mL;取同一批何首乌粉末约 0.25 g,精密称定,按大致 1:1 的比例精密加入大黄素-8-*O*- β -D-葡萄糖苷、大黄素和大黄素甲醚的混合对照品溶液 25 mL(质量浓度分别为 9.44,28.76,10.52 mg·L⁻¹);取同一批何首乌粉末约 0.25 g,精密称定,按大致 1:1 的比例精密加入 1.98 mg·L⁻¹大黄素甲醚-8-*O*- β -D-葡萄糖苷对照品溶液 25 mL;按**2.4**项下方法平行制备 6 份供试品溶液,按**2.2**项下色谱条件测定,计算各成分的平均加样回收率分别为 99.99% , 100.70% , 98.12% , 97.90% , 98.22% , RSD 分别为 1.7% ,1.0% ,1.0% ,2.7% ,1.8% ,表明该方法的准确度良好。见表 2。

表 2 何首乌饮片中指标成分的加样回收率试验

Table 2 Recovery tests of index ingredients in Polygoni Multiflori Radix pieces

成分	取样量/g	样品中量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
二苯乙烯苷	0.050 2	2.575 0	2.56	5.07	97.46	99.99	1.7
	0.049 9	2.559 0	2.56	5.15	101.20		
	0.049 9	2.559 0	2.56	5.08	98.45		
	0.050 1	2.570 0	2.56	5.16	101.20		
	0.050 2	2.575 0	2.56	5.13	99.81		
	0.050 2	2.575 0	2.56	5.18	101.80		
大黄素-8- <i>O</i> - β -D-葡萄糖苷	0.250 1	0.236 3	0.236	0.474 2	100.80	100.70	1.0
	0.250 0	0.236 3	0.236	0.476 9	102.00		
	0.250 2	0.236 4	0.236	0.474 0	100.70		
	0.250 0	0.236 3	0.236	0.475 9	101.50		
	0.250 3	0.236 5	0.236	0.471 6	99.62		
	0.250 1	0.236 3	0.236	0.471 0	99.45		
大黄素甲醚-8- <i>O</i> - β -D-葡萄糖苷	0.250 3	0.042 80	0.049 5	0.090 7	96.77	98.22	1.8
	0.251 4	0.042 99	0.049 5	0.090 8	96.59		
	0.250 2	0.042 78	0.049 5	0.091 2	97.82		
	0.250 1	0.042 77	0.049 5	0.091 7	98.85		
	0.250 5	0.042 84	0.049 5	0.091 3	97.90		
	0.250 4	0.042 82	0.049 5	0.093 0	101.40		
大黄素	0.250 1	0.719 8	0.719	1.435	99.47	98.12	1.0
	0.250 0	0.719 5	0.719	1.429	98.68		
	0.250 2	0.720 1	0.719	1.416	96.79		
	0.250 0	0.719 5	0.719	1.424	97.98		
	0.250 3	0.720 4	0.719	1.428	98.41		
	0.250 1	0.719 8	0.719	1.420	97.39		
大黄素甲醚	0.250 1	0.263 1	0.263	0.533 9	103.00	97.90	2.7
	0.250 0	0.263 0	0.263	0.519 3	97.45		
	0.250 2	0.263 2	0.263	0.517 5	96.69		
	0.250 0	0.263 0	0.263	0.515 1	95.86		
	0.250 3	0.263 3	0.263	0.515 5	95.89		
	0.250 1	0.263 1	0.263	0.522 4	98.59		

2.10 样品测定 取 20 批何首乌样品,按**2.4**项下方法制备供试品溶液,按**2.2**项下色谱条件测定,

结果见表 3。

表 3 不同加工方法的何首乌饮片中 5 种待测成分的含量测定

Table 3 Contents of five analytes in Polygoni Multiflori Radix pieces processed with different methods

编号	二苯乙 烯苷	大黄素 -8- <i>O</i> - β - <i>D</i> - 葡萄糖苷	大黄素甲醚 -8- <i>O</i> - β - <i>D</i> - 葡萄糖苷	大黄素	大黄素 甲醚
S1	42.944	1.312	0.428	2.429	0.814
S2	43.215	1.542	0.530	1.387	0.470
S3	48.184	1.240	0.278	1.741	0.673
S4	40.300	0.873	0.273	1.791	0.663
S5	50.854	2.882	0.950	1.532	0.593
S6	43.748	1.023	0.271	2.312	0.867
S7	38.445	1.404	0.303	1.613	0.816
S8	46.447	1.773	0.278	2.442	1.125
S9	49.341	2.567	0.668	1.948	0.658
S10	50.999	1.960	0.429	2.940	1.010
S11	44.672	1.901	0.425	1.051	0.529
S12	45.126	3.386	0.925	0.594	0.367
S13	51.733	1.234	0.320	2.312	0.732
S14	50.404	2.021	0.521	2.734	0.874
S15	54.446	2.934	0.561	2.359	0.963
S16	61.329	1.227	0.202	3.039	1.208
S17	53.032	2.528	0.639	2.091	0.715
S18	51.709	1.940	0.425	2.970	1.020
S19	54.082	3.194	0.608	1.885	0.732
S20	52.178	2.140	0.400	2.277	0.878
S21	51.294	0.945	0.171	2.878	1.052

2.11 主成分分析 以何首乌中二苯乙炔苷与蒽醌类成分的含量与其对应的组别组成矩阵,对不同加工方法样品测定结果进行主成分分析,通过 SPSS 20.0 计算主成分的特征值、贡献率和累计贡献率,结果前 2 个主成分的特征值均 >1,说明前 2 个因子在反映不同产地加工方法何首乌样品的内在质量起着主导作用,2 个主成分累积贡献率达 86.005%,能够较客观地反映不同加工方法何首乌的内在质量,因此选择前 2 个主成分进行分析。以前 2 个成分为主成分得其不同加工方法样品的得分图,见图 2。结果显示不同加工方式对成分的含量差异贡献较大,尤其不同的切片方式,可明显分为两类(一类为片,一类为块)。主成分因子载荷矩阵见表 4,结果发现大黄素、大黄素甲醚和大黄素甲醚-8-*O*- β -*D*-葡萄糖苷在 PC1 上有较高载荷,而二苯乙炔苷对 PC2

具有较高的贡献率。由于前 2 个主成分包含了大部分成分的差异贡献率(86.005%),说明所测定的 5 个成分是反映不同加工方法样品差异的主要因素来源。

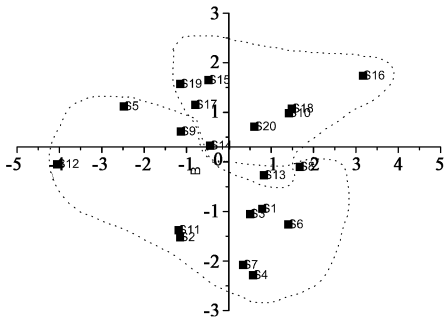


图 2 不同工艺处理的何首乌样品的 PCA
Fig. 2 PCA of Polygoni Multiflori Radix samples with different processing methods

表 4 何首乌饮片中各成分因子的载荷矩阵

Table 4 Loading matrix of component factor in Polygoni Multiflori Radix pieces

主成分	二苯乙 烯苷	大黄素 -8- <i>O</i> - β - <i>D</i> - 葡萄糖苷	大黄素甲醚 -8- <i>O</i> - β - <i>D</i> - 葡萄糖苷	大黄素	大黄素 甲醚
PC1	0.206	-0.721	-0.879	0.802	0.819
PC2	0.907	0.630	0.380	0.452	0.291

3 讨论

本文在短短 6 min 内实现了对何首乌中 5 个主要成分的快速分离,与文献报道的何首乌中相应成分的含量测定相比较,具有专属性强、分离度高、色谱峰纯度高、方法简单易行的特点^[14]。该方法的建立为何首乌及其他含蒽醌类成分的中药材的质量控制提供了简便快捷的分析方法。2015 年版《中国药典》何首乌药材项下规定二苯乙炔苷含量不得低于 1.0%,结合蒽醌含量以大黄素和大黄素甲醚的总量计,不得少于 0.10%。这 2 组控制指标使用了 2 套 HPLC 进行测定。其中结合蒽醌的测定以总蒽醌含量减去游离蒽醌含量计算,样品制备中涉及酸水解较为繁琐。本文结果经主成分分析说明,文中所测定的 5 个成分是反映不同加工方法的样品差异的主要因素来源,因此,用这 5 个成分的总量作为控制何首乌药材的质量具有一定的合理性,建议 2015 年版《中国药典》记载的方法可以据此进行修改。

测定结果表明不同加工方法何首乌中药效成分含量差异较大,二苯乙炔苷质量分数 3.845% ~ 6.133%,其中以 8 mm³ 块 80 ℃ 烘干品质量分数较高;大黄素-8-*O*- β -*D*-葡萄糖苷质量分数 0.087% ~

0.339%,其中以 12 mm 厚片 80 ℃烘干品质量分数较高;大黄素甲醚-8-*O*- β -*D*-葡萄糖苷质量分数为 0.017% ~ 0.095%,其中以 10 mm 厚片晒干品质量分数最高;大黄素质量分数 0.059% ~ 0.304%,大黄素甲醚质量分数 0.037% ~ 0.121%,两者均以 8 mm³块 80 ℃烘干品质量分数最高。干燥温度相同,切块规格中二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚含量普遍大于切片规格,提示切片厚度对有效成分含量有一定影响,块状规格表面积较片状规格表面积小,活性成分得到了较好的保留,故含量不同。切制规格相同,干燥方式和干燥温度不同时,各成分的变化规律不明显,主要原因可能在于温度设计范围窄,对各成分的含量影响不大,另外同一份样品实际烘干时间并不完全相同(实验过程中随时查看样品干燥程度,具体方法是随时抽查样品看样品掰开后中心是否干燥完全,若干燥完全则取出,若没有则继续干燥,所以同一规格同一温度的样品实际烘干时间不同),最后统一粉碎混匀后测定含量,因为受热时间不同各成分破坏程度不同,所以各成分含量变化没有明显规律。以后实验中同一规格同一干燥温度的样品应规定在所有样品都干燥后再统一取出,这样好考察其成分的变化规律。

本文研究结果与文献[10-11]报道有一致的地方,比如总体认为厚片中二苯乙烯苷含量,结合蒽醌总量高于薄片;但矛盾之处在于文献认为干燥方式和干燥温度对何首乌饮片质量的影响大于切片方式和规格,而本文经统计分析认为切片方式和规格对何首乌质量的影响更大,主要原因在于文献[7,10]中温度的设计差异较大,如 100,80,60 ℃和晒干,而切制方式和规格的设计相对密集,差异不显著,这样导致最后结果中干燥温度对结果的影响大于切制方式和切制规格。而在本研究中烘干温度的设计为 60,70,80 ℃,温度的设计范围较窄,差异不显著;而切制方式和规格的设计范围宽,差异显著,所以对结果的影响较大。说明实验设计至关重要,在今后的研究中要根据实地调研的情况设计实验,要以切实解决实际生产中存在的问题为目标,另外,应该加入生物测定或者药效实验来综合评价不同产地加工方法对何首乌质量的影响,因为,单纯以几个成分的

含量来考察何首乌质量不够全面。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:175-176.

[2] 王亭,龚千锋. 何首乌炮制后化学成分及药理作用的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(2): 220-226.

[3] LI S G, CHEN L L, HUANG X J, et al. Five new stilbene glycosides from the roots of *Polygonum multiflorum*[J]. J Asian Nat Prod Res, 2013, 15(11): 1145-1151.

[4] 尹西拳,桂蜀华,万玉华,等. 高速逆流色谱法分离何首乌中的游离蒽醌及二苯乙烯苷[J]. 中药材, 2014, 37(2): 328-332.

[5] ZHU Z W, LI J, GAO X M, et al. Simultaneous determination of stilbenes, phenolic acids, flavonoids and anthraquinones in *Radix polygoni multiflori* by LC-MS/MS[J]. J Pharm Biomed Anal, 2012, 62(2): 162-166.

[6] 陈虹. 何首乌产地加工中存在的问题[J]. 中药材, 1990, 13(9): 26-27.

[7] 侯明月,李玮,王建科,等. 不同产地加工方法对何首乌中二苯乙烯苷含量的影响[J]. 山地农业生物学报, 2014, 33(6): 90-92.

[8] 刘振丽,宋志前,李淑莉,等. 何首乌净选加工、切制和干燥方法对化学成分的影响[J]. 中草药, 2004, 35(4): 404-406.

[9] 寇婉青,金传山,胡雨,等. 传统及趁鲜加工工艺对何首乌饮片质量的影响[J]. 安徽中医学院学报, 2016, 35(3): 86-88.

[10] 杨艳菁,兰才武,贺定翔,等. 不同加工方法对何首乌饮片质量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(15): 31-34.

[11] 罗益远,刘娟秀,刘训红,等. 不同加工方法何首乌中多元功效物质的测定及主成分分析[J]. 中草药, 2016, 47(2): 318-323.

[12] 罗益远,刘娟秀,刘训红,等. 不同加工方法中何首乌核苷类成分的含量测定及主成分分析[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(8): 1474-1482.

[13] 李悦,赵致,李金玲,等. 发汗对何首乌的影响及产地加工工艺优选[J]. 贵州医药, 2016, 40(4): 368-370.

[14] 李帅锋,郑传柱,张丽,等. 不同产地何首乌 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中草药, 2015, 46(14): 2149-2154.

[责任编辑 刘德文]