

基于多糖组成和含量的 3 种基原黄精质量比较和识别研究

陶爱恩, 杜泽飞, 赵飞亚, 夏从龙, 段宝忠*

大理大学药学院, 云南 大理 671000

摘要: 目的 通过定性与定量分析, 结合化学计量学方法, 比较黄精 3 种基原植物中多糖的组成和含量差异, 为黄精药材质量评价提供参考。方法 采用红外光谱法 (FTIR) 和柱前衍生化-HPLC (PMP-HPLC) 法比较 3 种基原黄精中多糖的差异; 采用紫外光谱法 (UV) 测定总多糖含量。结果 3 种基原黄精多糖的 IR 平均光谱和二阶导数图谱差异明显, 主成分分析 (PCA)、偏最小二乘法判别分析 (PLS-DA) 及聚类分析 (HCA) 分析均可将 3 种基原的黄精加以区分; PMP-HPLC 图谱显示 3 种基原黄精中多糖的单糖组成存在差异, 共有成分为 D-甘露糖、D-核糖、L-鼠李糖、D-半乳糖醛酸、D-葡萄糖醛酸、D-半乳糖、D-葡萄糖、D-木糖、D-阿拉伯糖和 L-岩藻糖; 结果表明, 所测样品多糖含量符合《中国药典》2015 年版的要求。结论 本研究所建立方法为黄精类药材的多糖组成研究和质量评价提供了新的参考。

关键词: 黄精; D-甘露糖; D-核糖; L-鼠李糖; D-半乳糖醛酸; D-葡萄糖醛酸; D-半乳糖; D-葡萄糖; D-木糖; D-阿拉伯糖; L-岩藻糖; 红外光谱; 柱前衍生化; 紫外光谱; 质量评价

中图分类号: R286.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253 - 2670(2019)10 - 2467 - 07

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2019.10.030

Quality evaluation and discrimination of *Polygonati Rhizoma* from three origins based on polysaccharide composition and content

TAO Ai-en, DU Ze-fei, ZHAO Fei-ya, XIA Cong-long, DUAN Bao-zhong

College of Pharmaceutical Science, Dali University, Dali 671000, China

Abstract: Objective To compare the composition and content of polysaccharides in *Polygonati Rhizoma* by qualitative and quantitative analysis combined with chemometrics, and provide the reference for the quality evaluation of *Polygonati Rhizoma*. **Methods** Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and pre-column derivatization-HPLC (PMP-HPLC) were employed to reveal the differences of polysaccharide among the three species, and the content of total polysaccharide was determined by ultraviolet spectroscopy (UV). **Results** The result indicated that the average spectra and the second derivative atlas in FTIR fingerprint of *Polygonati Rhizoma* was significantly different. The PCA, PLS-DA and HCA analysis provided a further refinement of the method to distinguish three species. Furthermore, the PMP-HPLC showed that the components of monosaccharide and polysaccharides of three species were different. The main common components of the 10 common peaks were identified, which were as follows: D-mannose, D-ribose, L-rhamnose, D-galacturonic acid, D-glucuronic acid, D-galactose, D-glucose, D-xylose, D-arabinose and L-fucose. The content of the total polysaccharide meted the requirements of Chinese pharmacopoeia 2015 edition **Conclusion** The study provided a new reference for quality evaluation of *P. Rhizoma*.

Key words: *Polygonati Rhizoma*; D-mannose; D-ribose; L-rhamnose; D-galacturonic acid; D-glucuronic acid; D-galactose; D-glucose; D-xylose; D-arabinose; L-fucose; fourier transform infrared spectroscopy; pre-column derivatization; ultraviolet spectrum; quality evaluation

黄精为传统大宗药材, 始载于《神农本草经》, 是重要的药食同源类药材^[1], 具有补气养阴、健脾润肺、益肾等功能^[2]。《中国药典》2015 年版收载的黄精来源于百合科滇黄精 *Polygonatum kingianum* Coll. et Hemsl., 多花黄精 *P. cyrtonema* Hua 和黄精 *P. sibiricum* Delar. ex Redoute 3 个基原, 药用部位为

根茎^[3]。现代研究表明, 黄精具有降血糖^[4-5]、调血脂^[6]、抗氧化^[7]、抗肿瘤^[8]等多种活性, 其主要含有糖、黄酮和皂苷类成分^[1,9]。已有学者采用 HPLC-UV、HPLC-MS 技术对 3 种基原黄精中的化学指纹进行了比较^[10-12], 同时采用红外光谱技术对黄精药材的鉴别开展了相关研究^[13-15], 但这些研究

收稿日期: 2018-09-03

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (31460084); 国家自然科学基金资助项目 (31860080); 云南省中青年学术技术带头人后备人才项目 (2015HB058); 云南省重大科技专项 (201800501); 大理大学中药资源与民族药创新团队 (ZKLX2019318)

作者简介: 陶爱恩 (1991—), 男, 在读硕士, 研究方向为中药资源与品质评价。E-mail: 2515073996@qq.com

*通信作者 段宝忠 (1983—), 男, 博士, 副教授, 研究方向为中药资源与鉴定。Tel: (0872)2257401 E-mail: bzduan@126.com

针对的对象均为黄精中的复合组分。亦有学者采用柱前衍生化法对黄精中的多糖组成进行了研究^[16~19], 但这些研究所采用的提取方法及醇沉浓度均不一致, 所得多糖部位不同, 不具可比性。由于多糖是黄精中一类重要的活性成分和质量标志物^[1], 也是《中国药典》2015 年版的质量控制指标成分^[3], 开展其差异研究对黄精的质量评价和资源利用具有重要意义。鉴于此, 本研究基于红外指纹图谱技术, 对 30 批不同基原的黄精药材的多糖组分进行表征, 并利用主成分分析 (PCA)、偏最小二乘法判别分析 (PLS-DA) 及聚类分析 (HCA) 方法对数据进行比较分析, 同时采用柱前衍生化结合 HPLC (PMP-HPLC) 对 3 种法定基原黄精中多糖的单糖组成进行了研究, 采用紫外分光光度法 (UV) 测定其总多糖含量, 探讨 3 种法定基原黄精中多糖的组成和含量差异, 以期为黄精的质量评价和资源利用提供参考。

1 仪器、试药及材料

1.1 仪器

Nexus 傅里叶变换红外光谱仪 (Thermo Nicolet 公司); Agilent 1200 型高效液相色谱仪 (G1322A 在线脱气机、G1311A 四元梯度泵、G1329A 进样器、G1316A 柱温箱、G1314B VWD 检测器和 ChemStation 色谱工作站); UV-5500 型紫外可见分光光度计 (上海元析仪器有限公司); HW-3 型红外烘干箱 (天津市光学仪器厂); AL204 型电子天平 (梅特勒-托利多仪器上海有限公司); FW-4A 型粉末压片机 (天津市拓普仪器有限公司); FY135 型中草药粉碎机 (天津泰斯特仪器有限公司)。

1.2 试药

D-葡萄糖 (批号 171106)、D-甘露糖 (批号 170921)、D-盐酸氨基葡萄糖 (批号 171210)、D-半乳糖 (批号 171206)、L-鼠李糖 (批号 171024)、L-岩藻糖 (批号 170813)、D-葡萄糖醛酸 (批号 170730)、D-木糖 (批号 170912)、D-半乳糖醛酸 (批号 170903)、D-核糖 (批号 171103)、D-阿拉伯糖 (批号 171219), 以上单糖质量分数≥98%, 均购于上海融禾医药科技有限公司; 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮 (PMP, 阿拉丁有限公司); 其余试剂均为分析纯, 水为超纯水。

1.3 材料

样品于 2017 年 8 月采集或购于云南、贵州及湖北等地, 经大理大学段宝忠副教授鉴定为百合科

黄精属植物滇黄精 *P. kingianum* Coll. et Hemsl (S1~S15), 黄精 *P. sibiricum* Delar. ex Redoute (S16~S20) 和多花黄精 *P. cyrtonema* Hua (S21~S30), 所有样品未经加工, 切片后在 40 °C 烘干, 样品信息见表 1, 凭证标本保存于大理大学中药标本馆。

表 1 30 批黄精样品信息

Table 1 Thirty batches of *Polygonati Rhizoma* samples

编号	植物名	产地
S1	滇黄精	云南省昆明市
S2	滇黄精	云南省大理市
S3	滇黄精	云南省易门县
S4	滇黄精	云南省弥勒县
S5	滇黄精	云南省文山州
S6	滇黄精	云南省香格里拉县
S7	滇黄精	云南省南涧县
S8	滇黄精	云南省大理市
S9	滇黄精	贵州省安顺市
S10	滇黄精	湖北省十堰市神农架
S11	滇黄精	云南省临沧市
S12	滇黄精	云南省江城县
S13	滇黄精	云南省大理市
S14	滇黄精	云南省镇沅县
S15	滇黄精	云南省宁南县
S16	黄精	湖北省丹江口市
S17	黄精	安徽省九华山
S18	黄精	安徽省青阳县
S19	黄精	河南省嵩县
S20	黄精	河南省鲁山县
S21	多花黄精	四川省成都市
S22	多花黄精	湖南省祁阳县
S23	多花黄精	四川省船山区
S24	多花黄精	广西省全州县
S25	多花黄精	重庆市江津区
S26	多花黄精	贵州省赤水市
S27	多花黄精	福建省建宁县
S28	多花黄精	广东省连平县
S29	多花黄精	云南省宣威市
S30	多花黄精	云南省宣威市

2 方法

2.1 黄精多糖的制备

取药材粉末 5.0 g, 精密称定, 加入 15 倍量的水在 80 °C 条件下超声提取 3 次, 每次 2 h, 抽滤, 洗涤滤瓶滤渣, 浓缩至 10 mL 左右, 离心, 上清液转移至分液漏斗中, 加入 3 倍体积的石油醚进行萃

取, 直至石油醚层无色, 静置分层, 取下层水相, 调节 pH 至 6, 加入多糖溶液体积 2% 的木瓜蛋白酶溶液, 在 60 ℃ 下水浴酶解 4 h, 反应完成后, 沸水浴灭酶 10 min。取上清液采用 Sevage 法 (正丁醇-氯仿=1:5) 除蛋白直至无絮状物生成, 离心。取上清液浓缩至适量, 将浓缩液缓慢加入无水乙醇中, 边加边搅拌, 使得醇沉后醇终浓度为 95%, 4 ℃ 静置过夜, 离心, 得到沉淀物, 加水使沉淀物溶解, 冷冻干燥, 得粗多糖。

2.2 黄精多糖中蛋白质检查

取“2.1”项下灭酶后的上清液, 稀释至适度, 使用 UV 光谱在波长 190~700 nm 内扫描, 检查蛋白质是否去除干净。

2.3 黄精多糖的红外光谱鉴别

2.3.1 供试品的制备 按“2.1”项下分别制备各样品黄精多糖, 取 1 mg 至玛瑙研钵中, 加入溴化钾粉末 200 mg 作为分散剂, 研磨均匀, 取适量细粉平铺于模具中, 以 20 MPa 压力压制 1 min, 取出, 对光检视, 以样品均匀, 略透光为佳, 作为供试品。

2.3.2 红外光谱条件 光谱扫描范围 4 000~400 cm⁻¹, 扫描 32 次, 分辨率为 4 cm⁻¹, 扫描时实时扣除 H₂O 和 CO₂ 的背景。

2.3.3 数据分析 光谱数据采用 OMNIC 8.0 软件进行坐标归一化、基线校正、平滑(点数 15) 处理。利用 Origin 8.5 软件计算二阶导数, 绘制曲线; PCA 和 PLS-DA 采用 SIMCA 13.0 软件, HCA 采用 SPSS 20.0 软件。

2.4 黄精多糖的 PMP-HPLC 组分识别

2.4.1 HPLC 色谱条件 Agilent Zorbax-SB C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈 (A) -0.025 mol/L 磷酸盐缓冲溶液 (B); 梯度洗脱 (0~10 min, 15%~17% A; 10~18.5 min, 17%~22.5% A; 18.5~20 min, 22.5%~23.5% A; 20~32 min, 23.5%~30% A); 体积流量 0.8 mL/min; 柱温 35 ℃; 检测波长 250 nm; 进样量 20 μL。

2.4.2 对照品溶液的制备 精密称取 D-阿拉伯糖、D-核糖、D-甘露糖、L-岩藻糖、D-葡萄糖、D-葡萄糖醛酸、D-半乳糖醛酸、D-木糖、L-鼠李糖等对照品适量, 用蒸馏水配制成各单糖质量浓度约为 0.5 mg/mL 的混合对照品溶液。

2.4.3 样品酸水解溶液制备 精密称取“2.1”项下方法制备的多糖样品 S1、S17、S21 各 5 mg, 置 5 mL 安瓿瓶中, 精密加入 2 mL 4 mol/L 三氟乙酸 (TFA)

溶液, 封口后置 110 ℃ 条件下水解 7 h, 取出, 放冷, 水浴蒸干, 残渣加入甲醇 1 mL, 烘干, 重复多次, 至 TFA 除尽; 加适量热水使沉淀溶解, 转移到 1 mL 量瓶中, 放冷, 定容, 摆匀, 得样品的酸水解溶液。

2.4.4 衍生化供试品制备 分别精密吸取上述对照品和样品酸水解溶液 400 μL, 置于 5 mL 的安瓿瓶中, 精密加入 200 μL 0.6 mol/L NaOH 和 0.5 mol/L PMP 溶液, 置 70 ℃ 条件下反应 60 min。取出, 放冷, 精密加入 200 μL 0.6 mol/L HCl 溶液, 混匀。加入等体积的三氯甲烷, 混匀, 离心 10 min (4 000 r/min), 去掉三氯甲烷层, 重复多次至三氯甲烷层无色, 即得对照品和样品的衍生化供试品。

2.5 黄精总多糖含量测定

总多糖含量测定按照本课题组前期筛选方法进行^[3,15]。

3 结果与分析

3.1 多糖脱蛋白结果

紫外扫描结果显示, 30 批药材的黄精多糖在脱蛋白后, 在 272 nm 附近均无吸收峰, 表明所采用方法脱蛋白效果良好, 结果见图 1。在本研究中, 采用 UV 扫描检测脱蛋白效果, 可排除多糖中蛋白质等杂质对后续定性分析结果的影响。

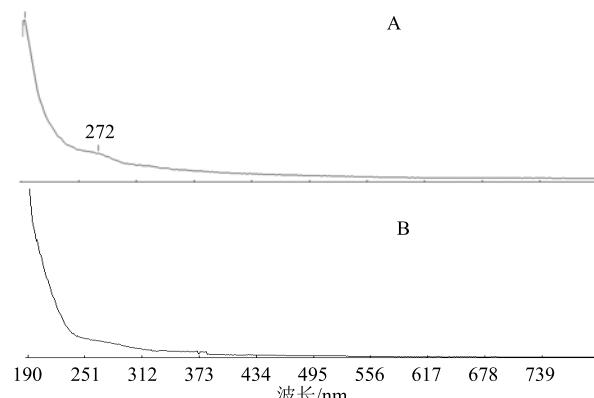


图 1 黄精多糖脱蛋白前 (A)、后 (B) 紫外扫描图

Fig. 1 Ultraviolet spectrum of *Polygonati Rhizoma* polysaccharide before (A) or after (B) deproteinization

3.2 红外光谱方法学考察

3.2.1 精密度试验 取同一批供试品 (S1), 按“2.3”项下方法连续测定 5 次。结果表明红外光谱图谱相关系数为 0.999 8、0.999 9、0.999 9、0.999 9、0.999 7, RSD 为 0.009%, 表明精密度良好。

3.2.2 重复性试验 取同一批供试品 (S1) 5 份,

按“2.3”项下方法进行测定，结果表明 5 份样品红外光谱图谱相关系数为 0.9985、0.9996、0.9992、0.9989、0.9988，RSD 为 0.04%，表明重复性良好。

3.2.3 稳定性试验 分别在 0、0.5、1、2、3、4、5 h，取同一供试品（S1），按“2.3”项下方法进行测定，结果显示 5 h 内所得的红外光谱图谱相关系数为 0.9911、0.9998、0.9892、0.9989、0.9994、0.9997、0.9997，RSD 为 0.46%，表明供试品在 5 h 内稳定。

3.3 黄精多糖的红外光谱结果

3.3.1 黄精多糖红外光谱对比分析 30 批药材的红外光谱重叠光谱图见图 2，3 种黄精的平均图谱见图 3，由图可看出，不同基原黄精药材的峰形、峰位基本一致，而峰高，即吸光度（ A 值）等具有差异，表明不同种类黄精中的多糖组分基本相同，而积累量不同。在 2 800~3 500 cm⁻¹ 附近明显的吸收峰主要为烷基中 C-H 伸缩振动和 O-H 伸缩振动；1 800~1 500 cm⁻¹ 附近的吸收峰归属为酰胺 I 带和 II 带的 C=O 伸缩振动和苯环的特征吸收^[20-21]；1 200~950 cm⁻¹ 附近的吸收峰主要为多糖的混合振

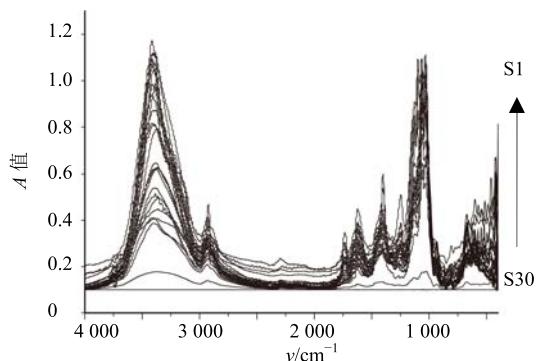
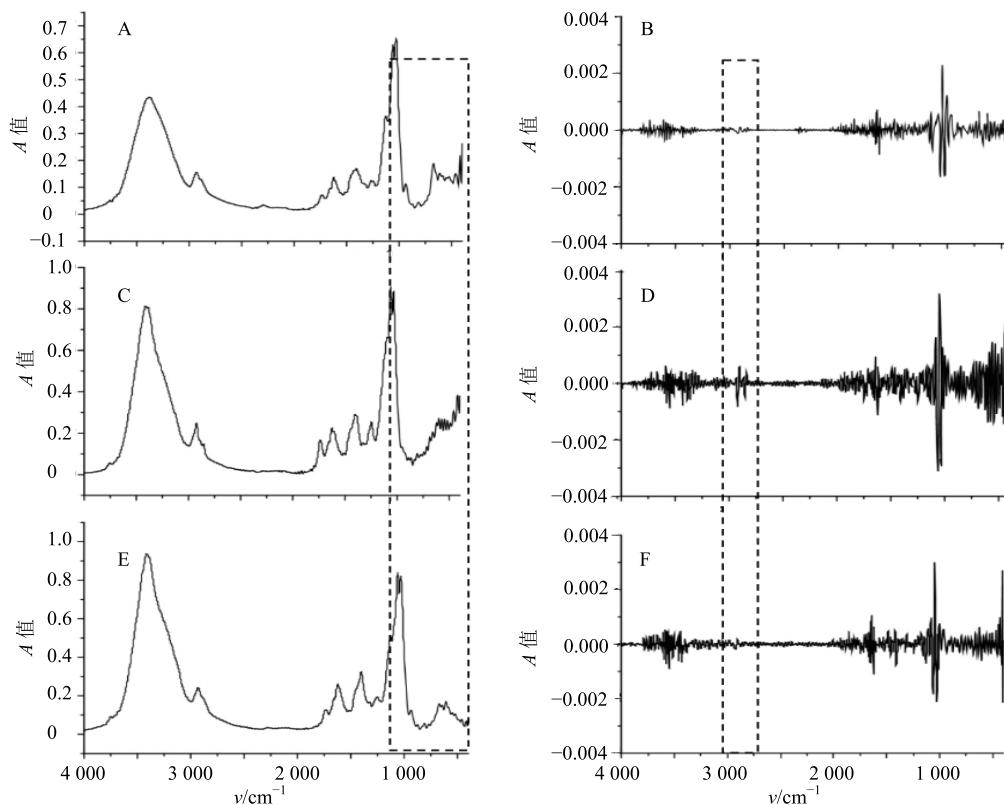


图 2 3 种基原黄精的重叠红外光谱图

Fig. 2 IR fingerprint of *Polygonati Rhizoma* of three species

动吸收区^[22]；950~700 cm⁻¹ 处主要为糖类的苯环骨架振动的特征吸收区^[23]。

3.3.2 黄精多糖二阶导数图谱分析 为提高红外光谱图的分辨率，指示叠合的隐蔽峰，本研究在重叠光谱基础上，对红外光谱数据进行二阶导数处理，结果见图 3、4。从图 3 的平均图谱中可以看出，3 种黄精在 1 000~400 cm⁻¹ 波段内的糖特征区出现的“锯齿”吸收峰数量存在明显区别。从二阶导数谱

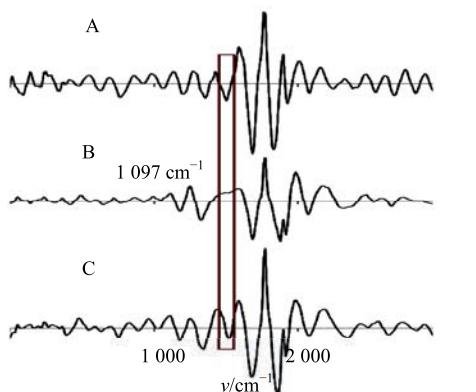


A、B-滇黄精红外原始平均图谱和二阶导数图谱 C、D-黄精红外原始平均图谱和二阶导数图谱 E、F-多花黄精红外原始平均图谱和二阶导数图谱

The average and second derivative atlas of FTIR of *P. kingianum* (A, B), *P. sibiricum* (C, D), and *P. cyrtonema* (E, F)

图 3 3 种基原黄精多糖的二阶导数图谱

Fig. 3 The diagram of the second derivative of *Polygonati Rhizoma*



A-黄精红外二阶导数图谱(局部) B-滇黄精红外二阶导数图谱(局部) C-多花黄精红外二阶导数图谱(局部)
The second derivative atlas of FTIR of *P. sibiricum* (A), *P. kingianum* (B), and *P. cyrtoneura* (C)

图 4 3 种黄精基原植物多糖的二阶导数局部放大图谱

Fig. 4 Diagram of second derivative of *Polygonati Rhizoma* (Partial enlargement)

图中可看出,在 3 000~2 750 cm⁻¹ 波段内, 黄精存在 2 857、2 921 cm⁻¹ 吸收峰, 而滇黄精和多花黄精中未出现类似“锯齿”吸收峰。多花黄精和黄精中均有 1 097 cm⁻¹ 导数吸收峰, 滇黄精中未发现 1 097 cm⁻¹ 吸收峰, 因此根据 2 857、2 921、1 097 cm⁻¹ 3 个吸收峰, 可有效将 3 种黄精基原植物区分。

3.3.3 HCA 将 30 批黄精药材红外光谱经自动基线校正+自动平滑+纵坐标归一化+2 阶求导预处理后的数据导入 SPSS 13.0 分析软件进行系统 HCA, 得数据矩阵, 使用 Ward's 方法和欧氏距离进行 HCA, 结果见图 5。结果显示, 在判别条件距离为 25 时, 30 批黄精药材被分为 2 大类: 第 1 类包括 15 批滇黄精 (S1~S15) 和 10 批多花黄精 (S21~S30); 第 2 类包括 5 批黄精 (S16~S20)。3 种黄精基原植物被聚为 2 类, 滇黄精与多花黄精聚为一类, 黄精聚为一类。在判别条件距离为 15 时, 15 批滇黄精、10 批多花黄精和 5 批黄精各自聚为一支。上述结果表明 3 种基原的黄精多糖红外光谱有一定差异。

3.3.4 PCA PCA 是一种无监督多变量数据分析法, 其在不损失主要信息的前提下实现降维, 扩大样本之间的差异, 可解决由于中药成分复杂所致的谱带重叠分析困难的问题^[24-26]。将 30 批黄精药材红外光谱经自动基线校正+自动平滑+纵坐标归一化+2 阶求导预处理后的数据导入 SIMCA 13.0 软件进行 PCA, 从 PCA 得分图 (图 6), 可看出 PCA

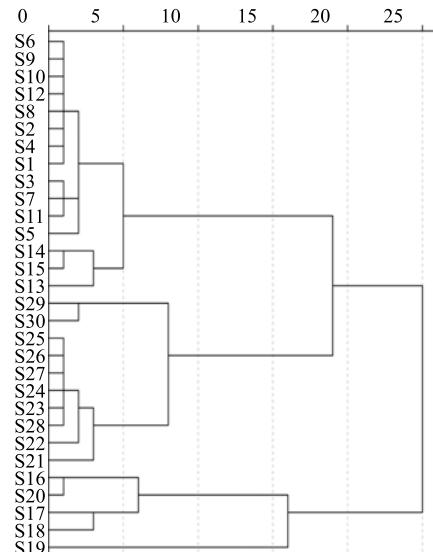


图 5 3 种基原黄精的 HCA 图谱

Fig. 5 Clustering tree of 30 samples of three species

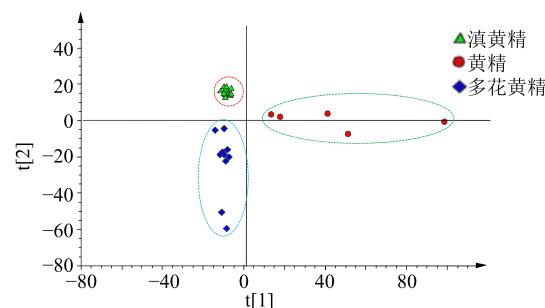


图 6 3 种基原黄精药材的 PCA 得分图

Fig. 6 Scores plot of PCA of three *Polygonatum* species

分类结果与 HCA 结果一致。图中 5 批黄精药材较为离散, 但最终归为一类; 15 批滇黄精药材和 10 批多花黄精药材也各自归为一类, 但种内整体分布较近, 表明滇黄精和多花黄精种内多糖组成差异较小。

3.3.5 PLS-DA PLS-DA 是一种有监督模式识别的分析方法, 其综合了多元线性回归和 PCA 的优势, 可剔除不相关的或非线性变量^[19]。30 批黄精药材红外光谱经预处理后, 所得矩阵的数据导入 SIMCA 13.0 软件进行 PLS-DA。由结果 (图 7) 可知, 黄精、多花黄精、滇黄精各自聚为一族, 3 种黄精基原植物其多糖组成有一定差异。表明 PLS-DA 能够有效区分 3 个物种, 与 PCA 和 HCA 结果一致。

3.4 黄精多糖的 HPLC-PMP 单糖组成分析

3 种基原黄精样品按“2.4”项方法制备供试品溶

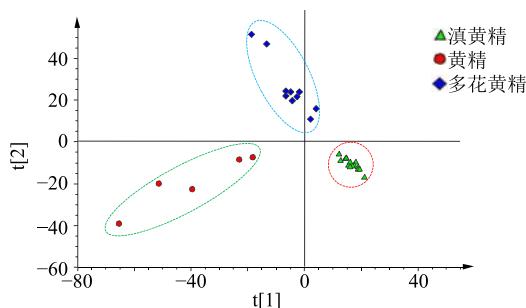


图 7 3 种基原黄精药材的 PLS-DA 得分图

Fig. 7 Scores plot of PLS-DA of three *Polygonatum* species

液，记录色谱图。结果表明，11 种单糖对照品的衍生物能实现良好分离。从图 8 中可看出，样品色谱峰通过对对照品保留时间可指认其中 11 个单糖。3 种基原植物中黄精多糖的单糖组成存在一定差异，其中黄精中不含有盐酸氨基葡萄糖（5 号峰），多花黄精中 D-甘露糖（1 号峰）较滇黄精和黄精量少；但 3 个黄精基原植物均含有 D-甘露糖（1 号峰）、D-核糖（2 号峰）、L-鼠李糖（3 号峰）、D-半乳糖醛酸（4 号峰）、D-葡萄糖醛酸（6 号峰）、D-半乳糖（7 号峰）、D-葡萄糖（8 号峰）、D-木糖（9 号峰）、D-阿拉伯糖（10 号峰）和 L-岩藻糖（11 号峰）等 10 个单糖；此外，多花黄精与黄精在 25~27 min 各出现 1 个未知峰，而滇黄精无此峰。样品及对照品色谱图见图 8。

3.5 黄精多糖的含量测定结果与分析

30 批黄精药材的总多糖含量按“2.5”项方法测定，结果见表 2。从表 2 可看出，30 批黄精药材的总多糖质量分数在 7.03%~16.27%，30 批样品的总多糖量均大于 7.0%，按《中国药典》2015 年版

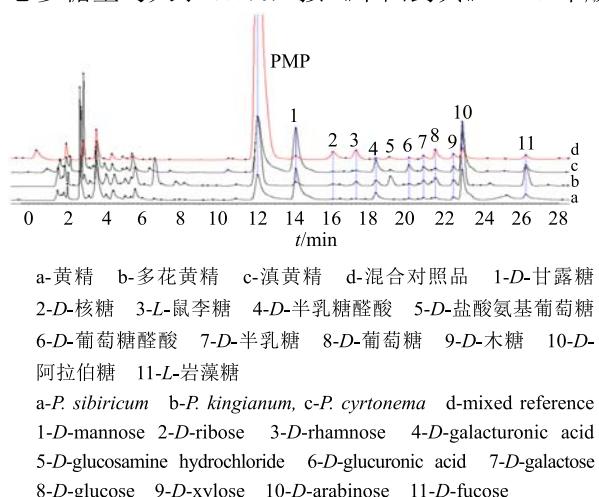


图 8 3 种基原黄精多糖及对照品 PMP-HPLC 色谱图

Fig. 8 PMP-HPLC fingerprints of three *Polygonatum* species and reference substances

表 2 3 种黄精基原植物的总多糖含量测定结果

Table 2 Content of total polysaccharide in three *Polygonatum* species

编号	总多糖质量分数/%	编号	总多糖质量分数/%
S1	14.11	S16	14.09
S2	13.17	S17	11.94
S3	9.23	S18	12.01
S4	7.03	S19	8.75
S5	12.28	S20	10.49
S6	9.59	S21	10.78
S7	8.89	S22	16.27
S8	13.10	S23	9.69
S9	10.47	S24	7.73
S10	9.47	S25	11.82
S11	7.18	S26	12.30
S12	11.38	S27	8.75
S13	13.80	S28	8.29
S14	11.14	S29	12.01
S15	12.18	S30	11.43

规定，30 批药材均符合要求。

4 讨论

本研究采用红外光谱、PMP-HPLC、UV 对《中国药典》2015 年版的 3 种黄精基原植物中多糖的组成及含量进行了研究。研究中采用 Sevage 法除多糖中的蛋白，UV 扫描检测，避免蛋白去除不干净影响测定结果；使用 FTIR 表征分析样品的化学成分，并利用 PCA、PLS-DA 和 HCA 方法对数据进行分析；利用 PMP-HPLC 法对多糖中的单糖进行了指认；使用 UV 测定了样品中黄精多糖的含量。结果表明 3 种基原植物的黄精多糖红外光谱图谱存在明显差异，进一步的 HCA、PCA 和 PLS-DA 结果一致，均可将黄精的 3 种基原植物区分。PMP-HPLC 结果显示，3 种基原植物中黄精多糖的单糖组成存在一定差异，但均含有 D-甘露糖、D-核糖、L-鼠李糖、D-半乳糖醛酸、D-葡萄糖醛酸、D-半乳糖、D-葡萄糖、D-木糖、D-阿拉伯糖和 L-岩藻糖等 10 个单糖。黄精多糖含量测定结果表明测定的 30 批样品均符合《中国药典》2015 年版要求，为合格药材。本研究所建立方法为黄精类药材的多糖组成研究和质量评价提供了新的参考。

参考文献

- [1] 姜程曦, 张铁军, 陈常青, 等. 黄精的研究进展及其质

- 量标志物的预测分析 [J]. 中草药, 2017, 48(1): 1-16.
- [2] 段宝忠, 张晓灿, 杜泽飞, 等. 滇黄精资源现状及可持续利用探讨 [J]. 大理学院学报, 2017, 2(10): 10-14.
- [3] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [4] Yan H, Lu J, Wang Y, et al. Intake of total saponins and polysaccharides from *Polygonatum kingianum* affects the gut microbiota in diabetic rats [J]. *Phytomedicine*, 2017, 26: 45-54.
- [5] 徐锦龙, 马卫成, 张明, 等. 黄精成方治疗早期糖尿病肾病的荟萃分析 [J]. 中国现代应用药学, 2018, 35(4): 561-565.
- [6] 徐锦龙, 陈武, 段宝忠. 黄精中药制剂治疗 II 型糖尿病的 Meta 分析 [J]. 中华中医药学刊, 2017, 35(7): 1698-1701.
- [7] 王艳芳. 滇黄精多糖改善大鼠脂代谢紊乱的作用研究 [D]. 昆明: 云南中医学院, 2017.
- [8] 石娟, 赵煜, 雷杨, 等. 黄精粗多糖抗疲劳抗氧化作用的研究 [J]. 时珍国医国药, 2011, 22(6): 1409-1410.
- [9] Long T, Liu Z, Shang J, et al. *Polygonatum sibiricum* polysaccharides play anti-cancer effect through TLR4-MAPK/NF-κB signaling pathways [J]. *Int J Biol Macromol*, 2018, 111: 813-821.
- [10] 陶爱恩, 张晓灿, 杜泽飞, 等. 黄精属植物中黄酮类化合物及其药理活性研究进展 [J]. 中草药, 2018, 49(9): 2163-2171.
- [11] 杨兴鑫, 胡海波, 王鑫. 基于多元统计分析的 3 种法定基源黄精化学成分比较研究 [J]. 中国中医药信息杂志, 2018, 25(5): 71-76.
- [12] 余亚鸣, 马晓勇, 张铁军, 等. 基于高效液相色谱-质谱联用技术的黄精化学成分快速鉴别研究 [J]. 时珍国医国药, 2016, 27(4): 794-796.
- [13] 赵欣. 黄精 HPLC 指纹图谱的研究及其不同产地的质量评价 [D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2011.
- [14] 周晔, 李佩孚, 张庆伟, 等. 傅里叶红外光谱法鉴别部分黄精属生药的研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(7): 1791-1795.
- [15] 张丹, 王媚, 史亚军, 等. 黄精药材及其饮片的红外光谱研究 [J]. 陕西中医, 2016, 37(12): 1679-1681.
- [16] 刘江, 徐元江, 吉哈利, 等. 藏产卷叶黄精和轮叶黄精的红外光谱鉴别 [J]. 高原农业, 2018, 2(4): 342-346.
- [17] 王海洋, 高阳, 高其品, 等. 黄精多糖的柱前衍生化 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 湖北农业科学, 2016, 55(13): 3462-3464.
- [18] 王坤, 岳永德, 汤锋, 等. 多花黄精多糖的分级提取及结构初步分析 [J]. 天然产物研究与开发, 2014, 26(3): 364-369.
- [19] 张晓红, 博·格日勒图, 昭日格图, 等. 高效液相色谱法对黄精多糖相对分子质量及组成的测定 [J]. 色谱, 2005, 23(4): 394-396.
- [20] 秦垂新, 曹子丰, 黄绮敏, 等. 黄精多糖水解物柱前衍生 HPLC 指纹图谱 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(11): 65-68.
- [21] 王彩步, 段宝忠. 云南不同种植基地滇黄精中多糖含量测定分析 [J]. 大理大学学报, 2018, 3(2): 14-17.
- [22] Hashim D M, Man Y B C, Norakasha R, et al. Potential use of Fourier transform infrared spectroscopy for differentiation of bovine and porcine gelatins [J]. *Food Chem*, 2010, 118(3): 856-860.
- [23] Chen J B, Sun S Q, Ma F, et al. Vibrational microspectroscopic identification of powdered traditional medicines: Chemical micromorphology of *Poria* observed by infrared and Raman microspectroscopy [J]. *Spectrochim Acta A*, 2014, 128(7): 629-637.
- [24] 吴喆, 张霁, 金航, 等. 红外光谱结合化学计量学对不同采收期滇重楼的定性定量分析 [J]. 光谱学与光谱分析, 2017, 37(6): 1754-1758.
- [25] Abdi H W L J. Principal component analysis [J]. *Comp Stat*, 2010, 4(2): 433-459.
- [26] Bassbasi M, Luca M D, Ioele G, et al. Prediction of the geographical origin of butters by partial least square discriminant analysis (PLS-DA) applied to infrared spectroscopy (FTIR) data [J]. *J Food Compos Anal*, 2014, 33(2): 210-215.