

不同生长年限及粗度径级对黄芪饮片药效成分含量的影响

赵江怡¹, 田文仓², 冯紫薇³, 彭博扬⁴, 唐进程¹, 张媛^{1,5}, 刘凤波^{1,5}, 赵婷^{1,5*}, 魏胜利^{1,5*}

1. 北京中医药大学中药学院, 北京 102488

2. 北京同仁堂健康药业宁夏有限公司, 宁夏 750021

3. 鲁南制药山东新时代药业有限公司, 山东 273400

4. 中国中药有限公司, 北京 100089

5. 中药材规范化生产教育部工程研究中心, 北京 100102

摘要: 目的 测定不同年限蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* 产出不同粗度径级黄芪饮片的比例, 比较各粗度径级黄芪饮片药效成分含量的差异, 为黄芪饮片质量等级的科学划分提供理论依据。方法 以 4~6 年生仿野生蒙古黄芪为材料, 按照直径在 0.5~0.8 cm (不包含 0.8 cm)、0.8~1.0 cm 和大于 1.0 cm 对样品进行划分, 测定不同年限黄芪各粗度径级饮片的产出比率及药效成分含量。结果 生长年限对不同粗度径级黄芪饮片的质量占比具有极显著影响 ($P<0.01$)。0.5~0.8 cm 粗度径级的黄芪饮片在 4 年生黄芪中质量占比最高, 而粗度大于 1.0 cm 的黄芪饮片在 6 年生黄芪中质量占比最高。生长年限、粗度径级及二者的交互作用对黄芪中黄酮类和皂苷类成分含量均有极显著影响 ($P<0.01$)。黄酮类成分含量受年限因素的影响大于粗度径级, 在 6 年生黄芪的 0.8~1.0 cm 粗度部位中达到最高; 而黄芪甲苷含量受粗度径级的影响大于年限因素, 在 0.5~0.8 cm 粗度径级的 5 年生黄芪中达到最高。结论 生长年限、粗度径级均会影响黄芪药效成分含量, 黄芪饮片在划分质量等级时, 在传统考虑粗度直径的同时, 要特别注意生长年限的影响。

关键词: 黄芪饮片; 蒙古黄芪; 生长年限; 粗度径级; 黄芪甲苷; 成分含量

中图分类号: R286.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2023)20-6819-08

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2023.20.025

Effects of growth year, thickness and diameter class on content of active compounds of *Astragali Radix* decoction pieces

ZHAO Jiang-yi¹, TIAN Wen-cang², FENG Zi-wei³, PENG Bo-yang⁴, TANG Jin-cheng¹, ZHANG Yuan^{1,5}, LIU Feng-bo^{1,5}, ZHAO Ting^{1,5}, WEI Sheng-li^{1,5}

1. School of Chinese Materia Medica, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 102488, China

2. Beijing Tongrentang Health Pharmaceutical (Ningxia) Co., Ltd., Ningxia 750021, China

3. Lunan Pharmaceutical Shandong New Era Pharmaceutical Co., Ltd., Shandong 273400, China

4. China National Traditional Chinese Medicine Co., Ltd., Beijing 100089, China

5. Engineering Research Center of Good Agricultural Practice for Chinese Crude Drugs of Ministry of Education, Beijing 100102, China

Abstract: Objective To compare the weight proportion and active component content of *Astragalus mongolicus* of different thickness and diameters with different growth years, so as to provided a theoretical basis for scientific classification of quality grades of Huangqi (*Astragali Radix*) decoction pieces. **Methods** The 46-year old imitating wild *A. mongolicus* were selected as the research material. Before measurement, they were divided into three parts according to the diameter: 0.5—0.8 cm (excluding 0.8 cm), 0.8—1.0 cm and > 1.0 cm. The weight proportion and active component content of *Astragali Radix* decoction pieces of different thickness and diameters

收稿日期: 2023-02-03

基金项目: 宁夏回族自治区科学技术厅重点研发计划 (2020BBF02005)

作者简介: 赵江怡 (1999—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药质量评价。E-mail: jpzjy46@126.com

*通信作者: 魏胜利 (1974—), 博士, 教授, 从事中药资源定向培育及中药资源综合开发研究。E-mail: wsl7491@126.com

赵婷 (1980—), 博士, 讲师, 从事中药药效物质基础及质量标准研究。E-mail: 19053181@qq.com

with different growth years were measured. **Results** The growth years had a very significant effect on the quality proportion of *Astragali Radix* decoction pieces with different thickness and diameters ($P < 0.01$). The weight proportion of the thickness of 0.5—0.8 cm was the highest in four-year-old *Astragali Radix*, while the weight proportion of the thickness of more than 1.0 cm was the highest in six-year-old ones. The content of flavonoids and saponins in *Astragali Radix* decoction pieces was significantly affected by growth years, thickness and diameter class and their interaction ($P < 0.01$). The content of flavonoids was more affected by growth years than thickness and diameters, and it was the highest in 0.8—1.0 cm thick parts of six-year-old *Astragali Radix* decoction pieces. The content of saponins was more affected by thickness and diameters than growth years, and it was the highest in 0.5—0.8 cm thick parts of five-year-old *Astragali Radix* decoction pieces. **Conclusion** Both the growth years and the thickness and diameters will affect the content of the active components of *Astragali Radix*. When classifying the quality grades of *Astragali Radix* decoction pieces, we should pay special attention to the influence of growth years while taking the thickness and diameters into account.

Key words: *Astragali Radix* decoction pieces; *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao; growth year; thickness and diameter class; astragaloside IV; component content

根及根茎类药材常根据粗度划分为不同等级, 分别定价出售。在市场上, 粗度大的根段通常被认为是高等级优质药材并以高价售卖^[1]。但让人存疑的是, 根及根茎类饮片等级划分标准也参照药材, 将粗度直径大的饮片作为高等级, 而粗度直径小的作为低等级。很显然中药饮片的直径与药材的生长年限或质量未必呈显著相关, 比如高年限根的下部与低年限根的上部可能粗度直径相同, 但他们质量一致吗? 不同年限根类药材产出各直径饮片的比例分别是多少? 饮片的质量等级受其直径和生长年限的影响是什么关系? 这对于科学划分中药饮片的质量等级至关重要, 然而目前多数药材都缺乏这样的研究。

黄芪为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao 或膜荚黄芪 *A. membranaceus* (Fisch.) Bge. 的干燥根^[2], 作为典型的根类中药, 其药材规格与饮片规格等级均依据直径粗度划分^[3]。有关不同粗度黄芪药材质量差异已多有报道, 皂苷类和黄酮类成分含量与黄芪粗度的相关性有所差别^[4-5]。牛倩芸等^[6]对市场上不同商品规格等级的黄芪药材中成分含量进行比较后发现, 黄芪甲苷含量与等级呈负相关, 毛蕊异黄酮葡萄糖苷和总多糖含量与等级没有显著相关性。而多数研究发现生长年限对黄芪化学成分含量具有显著影响, 且不同成分随着药材年限增长的变化规律并不完全一致^[7-9]。但是, 尚未见对不同年限黄芪产出不同粗度径级饮片比率的报道, 更未见同时分析生长年限和粗度径级对饮片质量影响的研究。为此, 本研究选取产地(陕西子洲)和采收时间(10月中旬)一致的4~6年生仿野生黄芪为材料, 系统分析了不同年限黄芪产出各粗度径级饮片比率的差异,

以及生长年限和粗度径级对饮片中皂苷类、黄酮类成分含量的影响。研究结果对黄芪饮片质量等级的科学划分具有重要的指导价值。

1 仪器与材料

1.1 仪器

Agilent 1100 高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司)、Waters e2695 高效液相色谱仪(沃特世科技有限公司)、UV-2800 紫外可见分光光度计(上海舜宇恒平科学仪器有限公司)、AL204 型电子分析天平($d=0.0001\text{ g}$, 梅特勒-托利多仪器有限公司)、全新气流式超微粉碎机(欣镇精密企业有限公司)、KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、SIGMA 3K15 型台式冷冻离心机(德国希格玛离心机有限公司)、北京科伟 HH-S8 恒温水浴锅、RE-3000 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器有限公司)。

1.2 试剂

黄芪甲苷(批号 YM328HA14)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷(批号 R31A0F96530)、芒柄花苷(批号 P03A10F84910)、(6 α R,11 α R)-9,10-二甲氧基紫檀烷-3-O- β -D-葡萄糖苷(简称紫檀烷苷; 批号 P21N9F75533)、2'-羟基-3',4'-二甲氧基异黄烷-7-O- β -D-葡萄糖苷(简称异黄烷苷; 批号 Y08S8H43409)、毛蕊异黄酮(批号 Y11JJ10H92789)、芒柄花素(批号 F27J7S18516)、(6 α R,11 α R)-3-羟基-9,10-二甲氧基紫檀烷(简称紫檀烷; 批号 Y28M10H84302)、7,2'-二羟基-3',4'-二甲氧基异黄烷(简称异黄烷, 批号 Y28M10H84303)对照品均购自上海源叶生物科技有限公司, 质量分数均大于 98%。乙腈为色谱纯, 水为娃哈哈纯净水, 其余试剂均为分析纯。

1.3 药材

不同生长年限的黄芪由课题组成员于 2019 年 10 月 18 日, 前往陕西省榆林市子洲县三川口镇毕家硷村 (N37°07'15.20", E109°89'19.93", 海拔 900 m) 黄芪仿野生种植基地采挖。样品原植物标本经北京中医药大学魏胜利教授鉴定为豆科植物蒙古黄芪 *A. membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao。分别选择土壤肥力水平和人工管理模式相对一致的 4~6 年生黄芪种植地块, 采集具有代表性的黄芪药材各 18 根, 剪去侧根、芦头及空心部位, 结合当地产地加工规范和市场情况, 晒干后将每根黄芪按照大于 1.0 cm、0.8~1.0 cm 和 0.5~0.8 cm (不包含 0.8 cm) 的直径范围从上往下划分为 3 部分, 用于后续不同粗度径级饮片质量占比和药效成分含量的测定。样品保存于北京中医药大学中药学院中药资源样品库。

2 方法与结果

2.1 不同粗度径级饮片占比的测定

将上述 4~6 年生黄芪不同粗度样品, 每 6 根作为 1 组, 分别称量各粗度径级饮片质量, 并计算不同年限下各粗度径级饮片的占比。

2.2 药效成分含量测定

2.2.1 黄芪甲苷的测定^[10]

(1) 对照品溶液的制备: 精密称取黄芪甲苷对照品适量, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 摇匀定容, 制得质量浓度为 0.750 mg/mL 的对照品储备液, 0.22 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

(2) 供试品溶液的制备: 取本品粉末约 2.0 g, 精密称定, 置 50 mL 离心管中, 加甲醇 30 mL, 超声处理 30 min, 以 9000 r/min 的转速离心 5 min, 残渣用甲醇洗涤 2 次, 每次 15 mL, 超声处理 10 min, 离心 5 min, 合并上清液, 减压回收溶剂至干。残渣加 7 mL 10% 氨水溶液, 超声促溶, 放置 10 min, 不时振摇, 定容于 10 mL 量瓶中, 摇匀, 0.22 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

(3) 色谱条件: Agilent Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相为乙腈 (A)-水 (B); 32%A 等度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 $^{\circ}$ C; 漂移管温度 95 $^{\circ}$ C; 氮气流速 2.0 L/min; 进样量 20 μ L。

(4) 线性回归方程的绘制: 精密吸取黄芪甲苷对照品储备液 1、5、10、15、20、25 μ L, 分别进样测定并记录峰面积。以进样量的对数值为横坐标 (X)、峰面积的对数值为纵坐标 (Y) 绘制标准曲线并计算回归方程: $Y=1.481 X+16.045$, $R^2=0.999 4$ 。黄芪甲苷在 0.750~18.750 μ g 内线性关系良好。

(5) 方法学考察: 精密度、重复性、稳定性考察结果的 RSD 值均小于 3%, 平均加样回收率为 97.14%, RSD 值为 1.99%, 表明仪器精密度、方法重复性、样品 24 h 内稳定性和方法准确度均良好。

(6) 样品测定: 采用 HPLC-ELSD 法测定黄芪甲苷的含量, 色谱图见图 1。

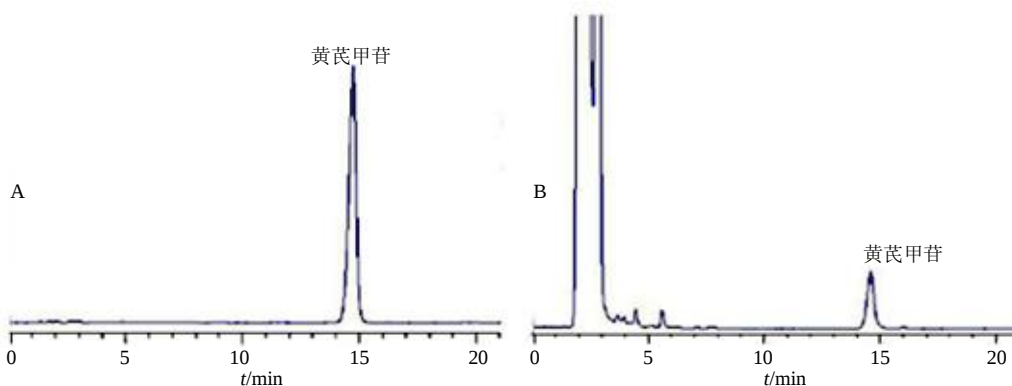


图 1 黄芪甲苷对照品 (A) 及黄芪样品 (B) HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatograms of reference substance of astragaloside IV (A) and Astragali Radix (B)

2.2.2 8 种黄酮类成分的测定^[11]

(1) 混合对照品溶液的制备: 精密称取毛蕊异黄酮葡萄糖苷、芒柄花苷、紫檀烷苷、异黄烷苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素、紫檀烷、异黄烷对照品各

适量, 分别置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 制成质量浓度分别为 0.834、0.669、0.400、0.325、0.263、0.640、0.542、0.342 mg/mL 的对照品储备液, 0.22 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

(2) 供试品溶液的制备: 取本品粉末约 1.5 g, 精密称定, 置圆底烧瓶中, 加入 75 mL 甲醇, 于 75 °C 加热回流 4 h, 滤过, 回收溶剂至干, 加 15 mL 甲醇超声促溶, 再加 25 mL 醋酸乙酯, 静置 1 h, 待大量多糖沉淀析出后抽滤, 取滤液回收至干, 残渣加 70% 甲醇溶解, 转移至 5 mL 量瓶中, 加 70% 甲醇定容至刻度, 摇匀, 0.22 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

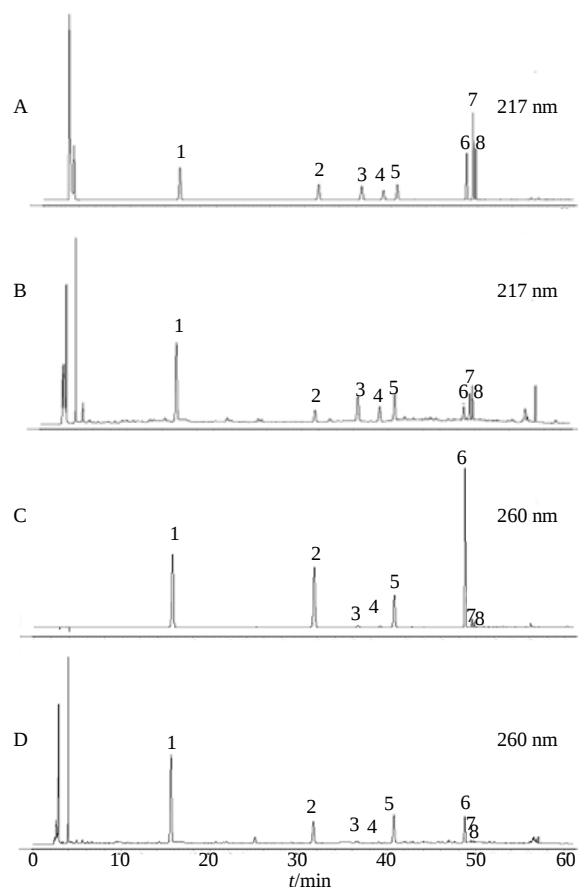
(3) 色谱条件: Waters Atlantis T3 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈 (A)-水 (B); 梯度洗脱: 0~13 min, 16%~20% A; 13~35 min, 20%~28% A; 35~45 min, 28%~50% A; 45~50 min, 50%~80% A; 50~60 min, 80% A; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 25 °C; 进样量 20 μL。其中紫檀烷苷、异黄烷苷、紫檀烷、异黄烷在 217 nm 下检测, 毛蕊异黄酮葡萄糖苷、芒柄花苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素在 260 nm 下检测。

(4) 线性回归方程的绘制: 分别精密量取 8 种黄酮对照品储备液适量, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释制成不同浓度梯度的对照品溶液, 进样 20 μL 进行测定。以进样浓度为横坐标 (X)、峰面积为纵坐标 (Y) 绘制标准曲线并计算回归方程。回归方程分别为毛蕊异黄酮葡萄糖苷 $Y=59\,787\,407X+454\,092$, $R^2=0.999\,9$, 线性范围 0.083~16.680 μg; 芒柄花苷 $Y=54\,442\,475X+42\,838$, $R^2=0.999\,9$, 线性范围 0.067~13.380 μg; 紫檀烷苷 $Y=42\,242\,017X-11\,142$, $R^2=0.999\,6$, 线性范围 0.040~8.000 μg; 异黄烷苷 $Y=36\,109\,560X-6\,291$, $R^2=0.999\,8$, 线性范围 0.033~6.500 μg; 毛蕊异黄酮 $Y=98\,270\,766X-51\,136$, $R^2=0.999\,7$, 线性范围 0.026~5.260 μg; 芒柄花素 $Y=87\,206\,398X+51\,919$, $R^2=0.999\,7$, 线性范围 0.064~3.200 μg; 紫檀烷 $Y=63\,660\,218X+56\,452$, $R^2=0.999\,9$, 线性范围 0.054~2.710 μg; 异黄烷 $Y=59\,357\,677X+23\,924$, $R^2=0.999\,3$, 线性范围 0.034~1.710 μg。表明 8 种黄酮类成分进样浓度与峰面积在相应范围内均有良好的线性关系。

(5) 方法学考察: 毛蕊异黄酮葡萄糖苷、芒柄花苷、紫檀烷苷、异黄烷苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素、紫檀烷、异黄烷的精密密度、重复性、24 h 内稳定性考察结果的 RSD 值均小于 3%, 平均加样回收率分别为 98.68%、100.29%、98.47%、97.43%、100.50%、101.14%、101.49%、99.87%, RSD 值分

别为 2.32%、2.87%、1.98%、1.36%、0.95%、0.89%、1.29%、1.78%, 表明仪器精密密度、方法重复性、样品 24 h 内稳定性和方法准确度均良好。

(6) 样品测定: 采用 HPLC-DAD 法测定毛蕊异黄酮葡萄糖苷、芒柄花苷、紫檀烷苷、异黄烷苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素、紫檀烷、异黄烷的含量。色谱图见图 2。



1-毛蕊异黄酮葡萄糖苷 2-芒柄花苷 3-紫檀烷苷 4-异黄烷苷
5-毛蕊异黄酮 6-芒柄花素 7-紫檀烷 8-异黄烷
1-calycosin-7-O-β-D-glucoside 2-ononin 3-(6aR,11aR)-9,10-dimethoxypterocarpan-3-O-β-D-glucoside 4-2'-dihydroxy-3',4'-dimethoxyisoflavan-7-O-β-D-glucoside 5-calycosin 6-formononetin 7-(6aR, 11aR)-3-hydroxy-9,10-dimethoxypterocarpan 8-7,2'-dihydroxy-3',4'-dimethoxyisoflavan

图 2 8 种黄酮对照品 (A, C) 及黄芪样品 (B, D) HPLC 图
Fig. 2 HPLC chromatograms of reference substances of eight flavonoids (A, C) and *Astragalus Radix* (B, D)

2.2.3 总黄酮的测定^[10]

(1) 对照品溶液的制备: 精密称取毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品适量, 置于 100 mL 量瓶中, 用 75% 乙醇溶解, 制成质量浓度为 1.480 mg/mL 的对照品储备液, 即得。

(2) 供试品溶液的制备: 取本品粉末约 0.5 g,

精密称定,置 50 mL 锥形瓶中,加 25 mL 75%乙醇,50 ℃ 下超声处理 30 min,滤过,加适量 75%乙醇洗涤滤渣,合并滤液并定容至 50 mL 量瓶中,从中精密量取 2.0 mL 溶液转移至 10 mL 量瓶中,再用 75%乙醇定容,摇匀即得。

(3) 线性回归方程的绘制:精密量取毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品(测定总黄酮用)储备液 1、2、4、6、8 mL,分别置于 25 mL 量瓶中,加 75%乙醇稀释成不同浓度梯度,于 260 nm 波长处测定吸光度。以对照品溶液浓度为横坐标(X)、吸光度为纵坐标(Y)绘制标准曲线并计算回归方程: $Y=56.794X+0.002$, $R^2=0.9999$ 。表明总黄酮在 0.059~0.474 mg/mL 内线性关系良好。

(4) 方法学考察:精密度、重复性、20 h 内稳定性考察结果的 RSD 值均小于 3%,平均加样回收率为 99.92%,RSD 值为 1.20%,表明仪器精密度、方法重复性、样品 20 h 稳定性和方法准确度均良好。

(5) 样品的测定:采用紫外分光光度计测定总黄酮含量。

2.2.4 统计方法 采用 Excel 2016 对原始数据进行处理,4 种黄酮苷类含量加和作为总黄酮苷含量,4 种黄酮苷元含量加和作为总黄酮苷元含量。将数据导入 SPSS 25.0 中,用箱线图剔除异常值后,进行生长年

限的单因素方差分析和 Duncan 多重比较。并采用双因素方差分析,根据偏 (Eta)² 的大小,比较生长年限、粗度径级以及二者交互作用对黄芪饮片药效成分含量的影响强弱。偏 (Eta)² 小于 0.06 为小效应量,0.06~0.14 为中效应量,大于 0.14 为大效应量^[12]。偏 (Eta)² 越大,表明该因素的影响作用越大。

2.3 不同生长年限黄芪各粗度径级饮片质量占比分析

方差分析表明,3 个粗度径级的饮片产出率均在不同生长年限黄芪间具有极显著差异 ($P<0.05$,表 1)。多重比较结果显示,在 0.5~0.8 cm 和大于 1.0 cm 2 个径级中,任意 2 个年限之间的差异也均达到了显著水平 ($P<0.05$)。各年限径级产出率总体表现为生长年限高的黄芪出产粗径级饮片比率高,而生长年限低的黄芪出产细径级饮片比率高。如大于 1.0 cm 径级的饮片占比为 6 年生>5 年生>4 年生,而 0.5~0.8 cm 径级的饮片产出率为 4 年生>5 年生>6 年生。但是 0.8~1.0 cm 径级饮片以 6 年生的占比最高,而 4、5 年生黄芪之间并未呈现显著差异。以上结果显示,依据饮片径级大小划分规格等级只能在一定程度上体现年限大小。因为不同年限间存在相同径级的交叉,所以对于径级相同而年限不同的饮片质量差异必须进行进一步确认。

表 1 不同年限黄芪产出各粗度径级饮片质量占比差异 ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

Table 1 Weight proportion of *Astragali Radix* decoction pieces with different thickness and diameters in different growth years ($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

生长年限	占比/%		
	0.5~0.8 cm	0.8~1.0 cm	>1.0 cm
4 年生	55.629±4.244 a	23.261±4.252 b	21.110±1.996 c
5 年生	38.805±3.434 b	21.842±4.015 b	39.353±2.950 b
6 年生	10.674±4.111 c	37.100±4.756 a	52.227±2.647 a
F	111.745	11.254	99.415
P	<0.001	0.009	<0.001

不同小写字母表示处理间差异有统计学意义 ($P<0.05$)

Different lower case letters indicate statistically significant differences ($P<0.05$)

2.4 不同生长年限黄芪各粗度径级饮片黄芪甲苷含量差异分析

方差分析表明,同一粗度径级中不同年限黄芪间黄芪甲苷含量具有极显著差异 ($P<0.01$,图 3)。多重比较结果显示,在 3 个粗度径级中,4、6 年生黄芪间黄芪甲苷含量均具有极显著差异 ($P<0.01$)。从总体趋势上看,黄芪甲苷含量随着黄芪年限的增长和径级的增大而逐渐降低,在低年限细径级饮片

中有较高水平。据报道^[5],黄芪中皂苷类成分主要分布在表皮,在木质部、韧皮部中分布较少。而细径级饮片中表皮的占比较大,且低年限黄芪产出细径级饮片的比例也较高。

2.5 不同生长年限黄芪各粗度径级饮片黄酮类成分含量差异分析

同一粗度径级中,生长年限对黄芪总黄酮含量具有极显著影响 ($P<0.01$,图 4)。多重比较结果

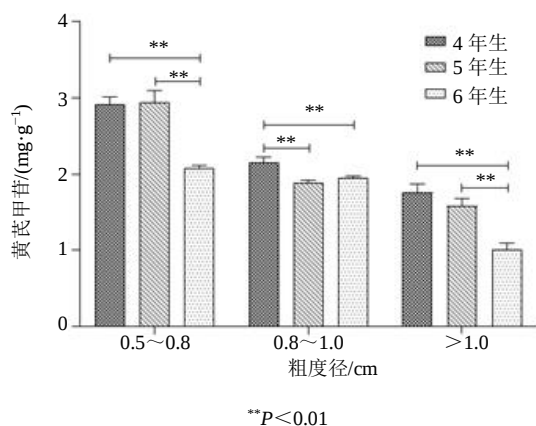


图 3 不同粗度径级各年限黄芪饮片黄芪甲苷含量

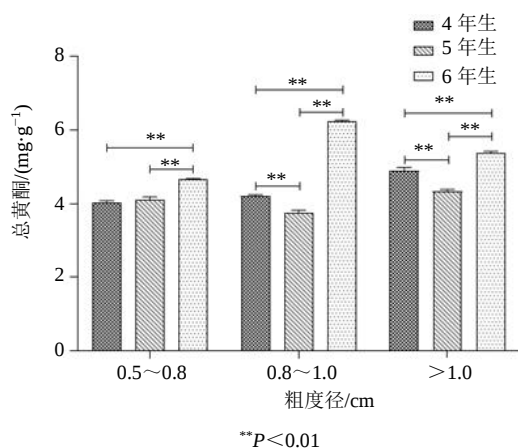
Fig. 3 Content of astragaloside IV in *Astragali Radix* decoction pieces with different thickness, diameters and growth years

图 4 不同粗度径级各年限黄芪饮片总黄酮含量

Fig. 4 Content of total flavonoid in *Astragali Radix* decoction pieces with different thickness, diameters and growth years

表明, 6 年生黄芪总黄酮含量与相同径级中的 4 年生黄芪相比均具有极显著差异 ($P<0.01$)。且在 3 个粗度径级中, 总黄酮含量均在 6 年生中达到最高。此外还发现, 部分细径级高年限饮片中总黄酮含量比粗径级低年限饮片更高。如 0.5~0.8 cm 粗度径级的 6 年生黄芪中总黄酮含量高于 0.8~1.0 cm 粗度径级的 4 年生黄芪。这提示粗度径级并不能完全反映饮片质量, 还需考虑年限因素的影响。

生长年限对 3 个径级饮片中 8 种黄酮单体成分含量均具有极显著影响 ($P<0.01$, 表 2)。其中, 0.8~1.0 cm 径级中的 8 种黄酮单体成分含量在任意 2 个年限之间均具有显著差异 ($P<0.05$)。整体来看, 黄酮苷类成分在高年限粗径级饮片中具有较高含量, 而黄酮苷元在高年限细径级饮片中含量较高。同时发现, 相较于粗径级的低年限黄芪, 细径级的

高年限黄芪中可能含有更多的黄酮苷类成分。如大于 1.0 cm 粗度径级的 4 年生黄芪中总黄酮苷含量不及 0.5~0.8 cm 粗度径级的 6 年生黄芪。以上分析表明, 粗径级饮片质量并不一定优于细径级饮片, 饮片质量还受到生长年限的影响, 且不同成分受年限、径级的影响情况有所差异。

2.6 生长年限和粗度径级对黄芪饮片质量的影响分析

对黄酮类成分和黄芪甲苷含量进行生长年限 (因素 A) 和粗度径级 (因素 B) 的双因素方差分析, 结果表明二者及其交互作用均具有极显著影响 ($P<0.01$), 且均为影响成分含量的大效应量 (表 3)。各类成分偏 ($\text{Eta})^2$ 的相对大小表明, 年限因素对黄酮类成分含量的影响程度大于粗度径级; 而对于黄芪甲苷则相反, 粗度径级的影响程度大于年限因素。这可能是因为黄芪中黄酮类成分在木质部、韧皮部和表皮分布较为平均, 故含量受粗度径级影响较小; 而黄芪甲苷主要集中在表皮, 故含量受粗度径级影响较大^[5]。这提示在进行黄芪饮片等级划分时, 应综合考虑生长年限和粗度径级 2 大因素; 且针对不同的成分, 考虑的侧重点应有所差别。

3 讨论

按照现有的商品规格等级划分标准, 根及根茎类药材粗度越大等级越高, 价格也越昂贵。但本文研究结果显示, 不同生长年限黄芪可产出相同粗度的根段, 这在饮片市场上将会作为同样等级的商品出售。而生长年限会影响饮片的药效成分含量, 相同粗度不同年限的黄芪商品中有效成分含量存在显著性差异。单按粗度进行商品等级划分, 势必掩盖年限因素的影响, 削弱等级与饮片质量的相关性, 高等级饮片中不一定含有更多的药效成分。这就提示了在进行饮片商品等级划分时, 仅考虑粗度而不考虑年限是不合理的。应当在考虑生长年限的前提下, 再根据粗度进行相应的划分。

本研究样品均采自陕西省子洲县, 所得的部分研究结果已有文献证实。如总黄酮在较粗黄芪中含量较高, 而黄芪甲苷在较细黄芪中有较高含量^[4]。但因尚未见同时分析年限、粗度径级两因素对黄芪饮片质量影响的报道, 故后续可扩大样品采集范围, 对二者的交互作用之于其他产地黄芪质量的影响情况进行考察, 对本研究所得结论做进一步的验证。

表 2 不同粗度径级各年限黄芪饮片 8 种黄酮类成分含量 ($\bar{x} \pm s, n = 3$)Table 2 Content of eight flavonoids in *Astragali Radix* decoction pieces with different thickness, diameters and growth years ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

成分	生长年限	质量分数/(mg·g ⁻¹)		
		0.5~0.8 cm	0.8~1.0 cm	>1.0 cm
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	4	0.703±0.028 b	0.826±0.039 b	1.125±0.042 b
	5	0.595±0.010 c	0.693±0.027 c	0.958±0.243 b
	6	1.262±0.008 a	1.935±0.044 a	1.728±0.086 a
芒柄花苷	4	0.324±0.007 b	0.304±0.014 b	0.440±0.005 a
	5	0.204±0.003 c	0.190±0.009 c	0.242±0.054 b
	6	0.475±0.005 a	0.610±0.015 a	0.466±0.024 a
紫檀炔苷	4	0.038±0.002 b	0.028±0.001 c	0.050±0.001 c
	5	0.035±0.001 c	0.045±0.000 b	0.070±0.001 b
	6	0.067±0.001 a	0.111±0.002 a	0.095±0.005 a
异黄烷苷	4	0.023±0.002 b	0.028±0.001 c	0.035±0.001 b
	5	0.023±0.001 b	0.038±0.002 b	0.034±0.000 b
	6	0.057±0.001 a	0.114±0.003 a	0.112±0.006 a
毛蕊异黄酮	4	0.037±0.002 a	0.005±0.000 c	0.006±0.000 c
	5	0.015±0.001 c	0.009±0.000 b	0.010±0.001 b
	6	0.017±0.000 b	0.019±0.001 a	0.011±0.000 a
芒柄花素	4	0.016±0.002 a	0.002±0.000 c	0.002±0.000 c
	5	0.008±0.000 c	0.004±0.000 b	0.004±0.000 b
	6	0.013±0.000 b	0.022±0.000 a	0.005±0.000 a
紫檀炔	4	0.004±0.000 c	0.008±0.001 b	0.011±0.000 a
	5	0.010±0.000 b	0.007±0.000 c	0.006±0.000 c
	6	0.011±0.000 a	0.011±0.000 a	0.007±0.000 b
异黄烷	4	0.058±0.001 b	0.044±0.002 c	0.050±0.000 c
	5	0.155±0.004 a	0.107±0.003 b	0.122±0.002 b
	6	0.158±0.002 a	0.245±0.003 a	0.173±0.004 a
总黄酮苷	4	1.087±0.036 b	1.186±0.054 b	1.650±0.048 b
	5	0.857±0.014 c	0.966±0.039 c	1.304±0.297 b
	6	1.861±0.015 a	2.771±0.063 a	2.401±0.121 a
总黄酮苷元	4	0.114±0.003 c	0.059±0.002 c	0.068±0.000 c
	5	0.188±0.004 b	0.126±0.004 b	0.142±0.001 b
	6	0.199±0.003 a	0.297±0.004 a	0.196±0.004 a

不同小写字母表示处理间差异有统计学意义 ($P < 0.05$)Different lower case letters indicate $P < 0.05$

表 3 生长年限和粗度径级对黄芪饮片成分含量影响方差分析

Table 3 Variance analysis of effects of growth years and thickness and diameters on content of compounds in *Astragali Radix* decoction pieces

成分	来源	平方和	自由度	均方	F	P	偏 (Eta) ²
总黄酮苷	A	8.518	2	4.259	332.567	<0.001	0.974
	B	1.278	2	0.639	49.892	<0.001	0.847
	A×B	0.845	4	0.211	16.500	<0.001	0.786
	误差	0.231	18	0.013			
	总变异	76.992	27				
总黄酮苷元	A	0.101	2	0.051	5 067.889	<0.001	0.998
	B	0.005	2	0.003	256.963	<0.001	0.966
	A×B	0.026	4	0.007	654.954	<0.001	0.993
	误差	<0.001	18	<0.001			
	总变异	0.777	27				
总黄酮	A	9.127	2	4.564	1 447.514	<0.001	0.994
	B	1.832	2	0.916	290.483	<0.001	0.970
	A×B	3.632	4	0.908	288.013	<0.001	0.985
	误差	0.057	18	0.003			
	总变异	591.413	27				
黄芪甲苷	A	1.766	2	0.883	117.960	<0.001	0.929
	B	6.480	2	3.240	432.872	<0.001	0.980
	A×B	0.733	4	0.183	24.469	<0.001	0.845
	误差	0.135	18	0.007			
	总变异	120.533	27				

黄芪中化学成分种类众多,不同成分随着药材年限增长的积累规律以及在各粗度部位的含量分布情况均存在差异。已有报道表明,皂苷类、黄酮类为黄芪中主要药效成分,其中皂苷类成分具有利尿消肿、活血等功效,表现为调节水通道蛋白、强心、抗纤维化等药理活性^[13-14];黄酮类成分具有补气固表、止渴等功效,表现为增强免疫、改善物质代谢、调节血糖等药理活性^[15-16]。且有研究表明^[17],糖苷的引入会影响分子的极性,造成黄酮苷和苷元之间药理活性的差异,如黄酮苷的抗氧化能力小于对应的苷元。本研究还发现,高年限黄芪上端中心出现腐烂现象,饮片质量受到了较大影响,如 6 年生黄芪中大于 1.0 cm 粗度径级的总黄酮含量较之 0.8~1.0 cm 粗度径级有所下降。此外,黄芪甲苷在细径级饮片中有较高含量,而低年限黄芪出产细径级饮片的比率更高。这表明黄芪并不是年限越长质量就一定越好,应根据黄芪的精准用途对其生长年限进行明确规定,这也为精准饮片的生产提供了理论指导。

本研究结果还提示在进行饮片质量评价时,不应简单地用“优质”和“不优质”来一概而论。要想在中药制药和临床使用中科学应用黄芪饮片,应基于临床药效需求选择适宜年限和粗度径级的黄芪,从而实现更为精准的临床疗效。同时也提示中药饮片质量等级可以根据精准用途科学划分,这对于推动中药制药工业精准化,实现最佳的临床疗效具有重要的借鉴意义。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 康传志,周涛,江维克,等.根类药材商品规格等级标准研究模式探讨[J].中国中药杂志,2016,41(5):769-775.
- [2] 中国药典[S].一部.2020:315.
- [3] 万燕晴,李震宇,秦雪梅.黄芪商品规格等级标准考证及质量研究思考[J].现代中药研究与实践,2016,30(2):61-63.
- [4] 高四云.基于绝对生长年限的野生芪与移栽芪化学及抗心衰药效比较研究[D].太原:山西大学,2018.
- [5] 张淑娟,张育贵,李东辉,等.基于指纹图谱和多指标定量的蜜炙黄芪饮片质量控制研究[J].中草药,2021,52(10):3081-3088.
- [6] 牛倩芸,万燕晴,李震宇,等.不同商品等级黄芪质量评价研究[J].中药材,2015,38(6):1186-1190.
- [7] Zheng L, Wang M, Ibarra-Estrada E, et al. Investigation of chemomarkers of *Astragali Radix* of different ages and geographical origin by NMR profiling[J]. *Molecules*, 2015, 20(2): 3389-3405.
- [8] Ma X Q, Shi Q, Duan J A, et al. Chemical analysis of *Radix Astragali* (Huangqi) in China: A comparison with its adulterants and seasonal variations[J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50(17): 4861-4866.
- [9] 辛博,马生军,谢景,等.生长年限对黄芪药材中黄酮及皂苷类成分含量积累的影响[J].中药材,2015,38(7):1366-1369.
- [10] 田文仓,冯紫薇,石福娟,等.不同栽培方式产地蒙古黄芪中黄芪甲苷和总黄酮含量差异分析[J].中国现代中药,2020,22(4):585-590.
- [11] 连天赐,魏胜利,冯紫薇,等.基于黄酮类成分含量差异的子洲黄芪产地判别模式研究[J].北京中医药大学学报,2023,46(2):281-288.
- [12] 简小珠,戴步云.SPSS 23.0 统计分析:在心理学与教育学中的应用[M].北京:北京师范大学出版社,2017:120.
- [13] 吕琴,赵文晓,孔祥琳,等.黄芪利水功效药理机制研究进展[J].中成药,2021,43(3):729-732.
- [14] 吕琴,赵文晓,王世军,等.黄芪活血功效及现代药理学研究进展[J].中国实验方剂学杂志,2020,26(9):215-224.
- [15] 刘路,李凯,胡阳,等.黄芪有效成分抗骨质疏松症作用机制的研究进展[J].中草药,2023,54(4):1321-1328.
- [16] 李楠,范颖,贾旭鸣,等.黄芪及其有效部位对糖尿病模型大鼠 *AdipoR1*、*AMPK* mRNA 表达的影响[J].中华中医药杂志,2011,26(5):1176-1181.
- [17] 张鑫,杨英杰,吕庆章.黄芪异黄酮类化合物抗氧化活性的密度泛函理论研究[J].化学研究与应用,2012,24(11):1662-1669.

[责任编辑 时圣明]