

• 药材与资源 •

生长年限对滇重楼中甾体皂苷活性成分和生物量积累的影响

赵艳丽, 赖佳辉, 蔡 吹, 张保得, 韦春冕, 彭寿杰, 徐福荣*

云南中医药大学 云南省南药可持续利用重点实验室, 云南 昆明 650500

摘 要: 目的 探究云南重楼 *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* (滇重楼) 根茎中甾体皂苷活性成分和生物量积累随生长年限的变化状况, 以期为滇重楼的质量控制提供科学依据。方法 以 7、8、9、11、12、13、14、15 年生滇重楼为研究对象, 采用 HPLC 法和直接称重法测定不同年限滇重楼根茎中 8 种甾体皂苷 (重楼皂苷 I、II、VI、VII、III、H、V 和纤细薯蓣皂苷) 含量和生物量。结果 8 种甾体皂苷活性成分线性关系良好 ($R^2 \geq 0.999\ 5$), 精密度、重复性、稳定性和加样回收率的 RSD 值均小于 3%, 验证了该方法的可行性; 随着年限的增长, 滇重楼根茎生物量呈逐渐增长的趋势, 其生长发育可分为增长缓慢期 (第 1~4 年)、增长快速期 (第 5~10 年) 和增长平缓期 (第 11 年后) 3 个阶段, 其中 7 年生滇重楼根茎生物量增长最快, 平均年增长量达 (31.843 ± 14.225) g; 滇重楼根茎中 8 种甾体皂苷成分含量在不同生长年限的变化呈随机波动、无规律, 《中国药典》2020 版规定的 3 个指标成分重楼皂苷 I、II、VII 含量之和与 8 种甾体皂苷总和的变化趋势一致; 用 4 个主成分对不同年限滇重楼药材进行综合评价, 结果显示 7 年生样品在所有样品中的综合得分位于前 7 名。结论 建立了同时测定滇重楼中 8 种甾体皂苷活性成分含量的方法, 可用于滇重楼的质量评价; 滇重楼并非种植年限越长越好, 建议以 7 年生滇重楼采收入药为最佳。

关键词: 滇重楼; 生长年限; 重楼皂苷 I; 重楼皂苷 II; 重楼皂苷 VI; 重楼皂苷 VII; 重楼皂苷 III; 重楼皂苷 H; 重楼皂苷 V; 纤细薯蓣皂苷; 生物量; 定量评价; 动态变化

中图分类号: R286.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2023)21-7156-10

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2023.21.024

Accumulation of steroidal saponins and biomass in *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* with different growth years

ZHAO Yan-li, LAI Jia-hui, CAI Chui, ZHANG Bao-de, WEI Chun-mian, PENG Shou-jie, XU Fu-rong

Yunnan Key Laboratory of Southern Medicinal Utilization, Yunnan University of Chinese Medicine, Kunming 650500, China

Abstract: Objective To investigate the accumulation regularities of active steroidal saponins and biomass in the rhizomes of *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* (Franch.) Hand. -Mazz. (PPY) with different growth years, and provide a scientific basis for the quality control of PPY. **Methods** The 7, 8, 9, 11, 12, 13, 14 and 15 years old of PPY were used as the subjects of the study. The content of polyphyllin I, polyphyllin II, polyphyllin VI, polyphyllin VII, polyphyllin III (dioscin), polyphyllin H, polyphyllin V and gracillin in rhizomes of PPY were determined by HPLC. A direct weighing method was used to determine the dry weight accumulation of PPY with different growth years. **Results** The standard calibration curves of the detected components were linearly good ($R^2 \geq 0.999\ 5$), and RSDs of precision, reproducibility, stability and average recoveries tests were all lower than 3%, which verified the feasibility of the method. The rhizome biomass of PPY increased with the growing ages. Biomass accumulations of the rhizome could be divided into three stages: slow phase (1st to 4th year), rapid phase (5th to 10th year), steady phase (after 11th year), in which the biomass of 7-year-old rhizome of PPY grew the fastest, with an average annual growth of (31.843 ± 14.225) g. The content of the eight steroidal saponins in the rhizomes of PPY showed random fluctuations and irregularities at different growth years. The total content of polyphyllins (I + II + VII) % of the quality

收稿日期: 2023-03-03

基金项目: 国家自然科学基金重点项目 (82060694); 国家自然科学基金重点项目 (81860674); 云南省教育厅研究生项目 (2022Y365); 云南省科技人才和平台计划 (202105AG070012); 云南省科学技术厅中医药联合专项-面上项目 (202101AZ070001-208)

作者简介: 赵艳丽 (1997—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药、民族药、天然产物活性及机制研究。

Tel: 15987026834 E-mail: zyl15987026834@163.com

***通信作者:** 徐福荣 (1971—), 研究员, 博士, 博士生导师, 主要研究方向为中药资源研究与开发。Tel: 13759178255 E-mail: xfrong99@163.com

control standard of *Paridis Rhizoma* prescribed by *Chinese Pharmacopoeia* (2020 edition) was consistent with the trend of the sum of the eight steroidal saponins. A comprehensive evaluation of PPY with different growth years using four principal components showed that the 7-year-old samples were in the top seven of all samples in terms of comprehensive score. **Conclusion** In this study, a method was established for the simultaneous determination of the content of eight steroidal saponins in the rhizoms of PPY, which can be used for the quality evaluation of PPY; PPY is not planted for a longer period of time the better, it is recommended that the optimum cultivation period is seven years.

Key words: *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz.; growing years; polyphyllin I; polyphyllin II; polyphyllin VI; polyphyllin VII; polyphyllin III; polyphyllin H; polyphyllin V; biomass; quantitative evaluations; dynamic changes

重楼作为我国传统的名贵中药材,以“蚤休”之名始载于《神农本草经》^[1],是重楼属植物云南重楼 *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz 或七叶一枝花 *P. polyphylla* Smith var. *chinensis* (Franch.) Hand.的干燥根茎,具有清热解毒、消肿止痛、凉肝定惊之功效,主要用于跌打伤痛、毒蛇咬伤、惊风抽搐等症的治疗^[2-3]。云南重楼即滇重楼是中药重楼的药用基原植物之一,其中含有丰富的甾体皂苷、黄酮、植物甾醇等药效成分,是云南白药、宫血宁胶囊等著名中成药的重要原料^[4]。

随着中医药产业的快速发展,滇重楼需求量日益剧增,单靠采集野生资源已难以满足市场的需求,人工种植成为解决资源匮乏的必然选择^[5]。然而,由于大规模的人工栽培导致滇重楼质量参差不齐,不同年限滇重楼根茎中甾体皂苷含量差异大,不利于滇重楼生产加工过程中的质量控制^[6-8]。目前,已有众多研究表明滇重楼药效成分的积累与植物自身生长年限息息相关^[9-12]。然而,关于不同生长年限滇重楼根茎的不同生长部位中甾体皂苷的积累规律研究鲜有报道。本研究通过分析不同生长年限滇重楼根茎中不同生长部位的甾体皂苷类成分含量和生物量,探索不同生长年限滇重楼生长量,以及甾体皂苷随生长年限的积累状况,阐明滇重楼生物量和甾体皂苷含量最佳的生长年限,为滇重楼最佳采收期的确定和质量控制提供科学依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦科技公司);SB25-12DTD 型超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司);DHG-924 型电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司);HA225SM-DR 型十万分之一电子天平(瑞士普利赛斯公司);FL-01 型高速中药粉碎机(浙江瑞安市富力中药机械厂)。

1.2 材料

对照品重楼皂苷I(批号 111590-202105,质量

分数≥94.50%),重楼皂苷II(批号 11591-201604,质量分数≥91.40%)、重楼皂苷VII(批号 111593-202105,质量分数≥98.40%)及重楼皂苷VI(批号 111592-201604,质量分数≥97.00%)均购自中国食品药品检定研究院;对照品重楼皂苷H(批号 201022-111,质量分数≥98.00%)、重楼皂苷V(批号 20120704,质量分数≥99.07%)、重楼皂苷III(批号 21061701,质量分数≥99.39%)、纤细薯蓣皂苷(批号 21050807,质量分数≥98.91%)购于昆明森岚科技有限公司;甲醇、乙腈(色谱纯、美国默克公司);水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

1.3 样品

30 株滇重楼均采自于云南省曲靖市师宗乔林重楼生物科技有限公司的滇重楼种植基地(海拔高度:1876 m,经纬度:E 103.989 161 13, N 24.750 341 33),经云南中医药大学徐福荣研究员鉴定为重楼属植物云南重楼 *P. polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand. -Mazz 的新鲜根茎,样品信息见表 1。

2 方法

2.1 样品的处理

植株洗净并去除非药用部位后,根据根茎上茎痕数目的多少,将 7 年生同株滇重楼样品进一步分为 7、6、5、4、3 年生者,8、9、11、12、13、14、15 年生滇重楼样品做同样处理。所有样品置 40 °C 干燥箱干燥至恒定质量。

2.2 色谱条件

色谱柱:Agilent ZORBAX SB-Aq 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为水(A)-乙腈(B),梯度洗脱程序为 0~10 min, 35%~40% B; 10~22 min, 40%~42% B; 22~23 min, 42%~40% B; 23~38 min, 40% B; 38~45 min, 40%~47% B; 检测波长 203 nm;柱温 25 °C;体积流量 0.7 mL/min;进样量 10 μL。

2.3 对照品溶液的制备

精密称定重楼皂苷I、重楼皂苷II、重楼皂苷VI、

表 1 样品信息

Table 1 Information of samples

编号	样品年限	编号	样品年限	编号	样品年限
S1	7 年生滇重楼第 3 年	S26	11 年生滇重楼第 10 年	S51	14 年生滇重楼第 5 年
S2	7 年生滇重楼第 4 年	S27	11 年生滇重楼第 11 年	S52	14 年生滇重楼第 6 年
S3	7 年生滇重楼第 5 年	S28	12 年生滇重楼第 3 年	S53	14 年生滇重楼第 7 年
S4	7 年生滇重楼第 6 年	S29	12 年生滇重楼第 4 年	S54	14 年生滇重楼第 8 年
S5	7 年生滇重楼第 7 年	S30	12 年生滇重楼第 5 年	S55	14 年生滇重楼第 9 年
S6	8 年生滇重楼第 3 年	S31	12 年生滇重楼第 6 年	S56	14 年生滇重楼第 10 年
S7	8 年生滇重楼第 4 年	S32	12 年生滇重楼第 7 年	S57	14 年生滇重楼第 11 年
S8	8 年生滇重楼第 5 年	S33	12 年生滇重楼第 8 年	S58	14 年生滇重楼第 12 年
S9	8 年生滇重楼第 6 年	S34	12 年生滇重楼第 9 年	S59	14 年生滇重楼第 13 年
S10	8 年生滇重楼第 7 年	S35	12 年生滇重楼第 10 年	S60	14 年生滇重楼第 14 年
S11	8 年生滇重楼第 8 年	S36	12 年生滇重楼第 11 年	S61	15 年生滇重楼第 3 年
S12	9 年生滇重楼第 3 年	S37	12 年生滇重楼第 12 年	S62	15 年生滇重楼第 4 年
S13	9 年生滇重楼第 4 年	S38	13 年生滇重楼第 3 年	S63	15 年生滇重楼第 5 年
S14	9 年生滇重楼第 5 年	S39	13 年生滇重楼第 4 年	S64	15 年生滇重楼第 6 年
S15	9 年生滇重楼第 6 年	S40	13 年生滇重楼第 5 年	S65	15 年生滇重楼第 7 年
S16	9 年生滇重楼第 7 年	S41	13 年生滇重楼第 6 年	S66	15 年生滇重楼第 8 年
S17	9 年生滇重楼第 8 年	S42	13 年生滇重楼第 7 年	S67	15 年生滇重楼第 9 年
S18	9 年生滇重楼第 9 年	S43	13 年生滇重楼第 8 年	S68	15 年生滇重楼第 10 年
S19	11 年生滇重楼第 3 年	S44	13 年生滇重楼第 9 年	S69	15 年生滇重楼第 11 年
S20	11 年生滇重楼第 4 年	S45	13 年生滇重楼第 10 年	S70	15 年生滇重楼第 12 年
S21	11 年生滇重楼第 5 年	S46	13 年生滇重楼第 11 年	S71	15 年生滇重楼第 13 年
S22	11 年生滇重楼第 6 年	S47	13 年生滇重楼第 12 年	S72	15 年生滇重楼第 14 年
S23	11 年生滇重楼第 7 年	S48	13 年生滇重楼第 13 年	S73	15 年生滇重楼第 15 年
S24	11 年生滇重楼第 8 年	S49	14 年生滇重楼第 3 年		
S25	11 年生滇重楼第 9 年	S50	14 年生滇重楼第 4 年		

重楼皂苷 VII、重楼皂苷 III、纤细薯蓣皂苷、重楼皂苷 V 和重楼皂苷 H 对照品适量，置 5 mL 量瓶中，加甲醇溶解并定容，制得含上述对照品质量浓度分别为 2.717、2.058、1.062、1.308、2.692、1.059、0.484、1.101 mg/mL 的混合对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备

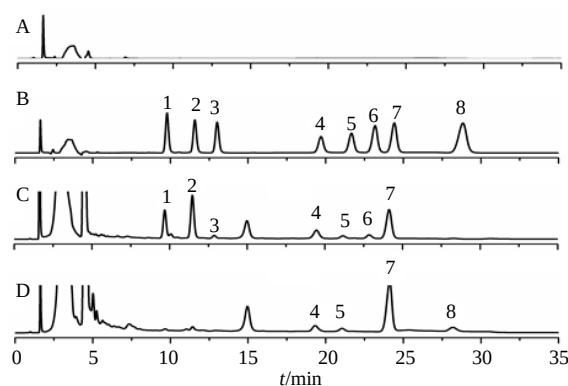
取滇重楼粉末（过 3 号筛）约 0.5 g，精密称定，至具塞锥形瓶中，精密加入甲醇溶液 5 mL，称定质量，55 °C 超声处理（功率 400 W、频率 40 kHz）60 min，放冷，再称定质量，用甲醇补足减失的质量，摇匀，离心，取上清液过 0.22 μm 微孔滤膜，即得。

2.5 方法学考察

因为不同生长年限的滇重楼样品间差异较大，仅有极少数样品满足多组分的方法学考察要求，故选取了 2 个样品（S39、S69）进行了系统适应性实验，以为了更全面的对其进行评价。

2.5.1 专属性考察 取混合对照品溶液、供试品溶液（S39、S69）和空白溶剂（甲醇），按“2.2”项下的色谱条件进行分析测定。结果供试品色谱与对照品色谱具有相同保留时间的色谱峰，且空白溶剂

对供试品和对照品均无干扰（图 1），表明该方法专属性良好。



A-甲醇溶剂 B-混合对照品溶液 C-供试样品 S39 D-供试样品 S69 1-重楼皂苷 VII 2-重楼皂苷 H 3-重楼皂苷 VI 4-重楼皂苷 II 5-重楼皂苷 III 6-纤细薯蓣皂苷 7-重楼皂苷 I 8-重楼皂苷 V
A-the methanol solvent B-mixed control solution C-test sample S39 D-test sample S69 1-PVII 2-PPH 3-PPVI 4-PPII 5-diosgenin 6-gracillin 7-PPI 8-PPV

图 1 滇重楼混合对照品及样品色谱图

Fig. 1 HPLC chromatogram of mixed reference substance and sample of PPY

2.5.2 线性关系考察 精密移取“2.3”项下混合对照品溶液适量，稀释成一系列不同质量浓度的混合对照品溶液。按“2.2”项下的色谱条件进行分析测定。以各皂苷对照品的质量浓度为横坐标（ X ），对应色谱峰峰面积为纵坐标（ Y ）绘制标准曲线，计算回归方程，结果见表 2。

表 2 8 种重楼皂苷成分线性关系

Table 2 Linear relationships of eight kinds of PPY saponins

化合物名称	回归方程	R^2	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
重楼皂苷 I	$Y=4\,650.8X-1.8045$	1.000 0	1.36~2\,717.00
重楼皂苷 II	$Y=3\,824.9X-22.266$	0.999 9	8.23~1\,029.00
重楼皂苷 VI	$Y=5\,419X-13.541$	0.999 7	10.62~1\,062.00
重楼皂苷 VII	$Y=3\,741.6X+5.245\,3$	0.999 8	2.62~1\,308.00
重楼皂苷 III	$Y=6\,586.5X-59.728$	0.999 5	1.08~2\,692.00
纤细薯蓣皂苷	$Y=4\,603.4X-18.912$	0.999 5	1.06~1\,059.00
重楼皂苷 V	$Y=6\,353.3X-5.7242$	0.999 5	4.84~484.00
重楼皂苷 H	$Y=4\,513.8X+11.257$	0.999 7	4.40~1\,101.00

2.5.3 精密度试验 精密移取同一混合对照品溶液，按“2.2”项下色谱条件续进样 6 次，记录各成分峰面积。计算得到重楼皂苷 I、II、VI、VII、III、纤细薯蓣皂苷、重楼皂苷 V、重楼皂苷 H 峰面积的 RSD 值分别为 0.06%、0.12%、0.12%、0.30%、0.04%、0.11%、0.12%、0.13%，表明仪器精密度良好。

2.5.4 重复性试验 精密称定 S39、S69 滇重楼样品粉末各 6 份，每份约 0.5 g（过三号筛），按照“2.4”项下方法制备供试品溶液，照上述“2.2”项下的色谱条件进行分析，记录色谱峰面积，计算得到重楼皂苷 I、II、VI、VII、III、纤细薯蓣皂苷、重楼皂苷 V、重楼皂苷 H 峰面积的 RSD 值分别为 0.76%、1.24%、2.09%、1.68%、1.82%、1.03%、1.15%、1.40%。结果表明方法重复性良好。

2.5.5 稳定性试验 分别取同一供试品溶液（S39、S69），按“2.2”项下色谱条件，分别在 0、4、8、12、16、20、24 h 进样，记录色谱峰面积，计算得到重楼皂苷 I、II、VI、VII、III 和纤细薯蓣皂苷、重楼皂苷 V、重楼皂苷 H 峰面积的 RSD 值分别为 0.45%、1.56%、2.85%、1.65%、1.30%、0.36%、2.91%、0.82%。结果表明样品在 24 h 内稳定性良好。

2.5.6 加样回收率试验 精密称定已测定的 S39、S69 滇重楼样品粉末各 6 份，每份约 0.25 g 至具塞锥形瓶中，分别加入相当量的重楼皂苷 I、II、III、VI、VII、H 和纤细薯蓣皂苷的混合对照品溶液 5 mL。按照“2.4”项下的方法制备供试品溶液，按

上述“2.2”项下的色谱条件进行分析，记录色谱峰面积，计算回收率，重楼皂苷 I、II、VI、VII、III 和纤细薯蓣皂苷、重楼皂苷 V、重楼皂苷 H 回收率分别为 99.97%、99.28%、98.32%、102.18%、102.00%、100.12%、99.12%、99.58%，RSD 分别为 0.24%、0.65%、2.23%、2.59%、1.14%、0.84%、2.33%、1.98%。

2.6 样品测定

取“2.1”项下的滇重楼样品按上述“2.4”项下方法制备供试品溶液，在“2.2”项下色谱条件分析，记录色谱图及峰面积，计算含量。

2.7 数据分析

运用 SPSS 26 和 SIMCA 14.1 软件进行主成分分析等多元统计分析；利用 Graphpad prism 统计分析和 Origin 绘图软件进行折线图、液相色谱图等绘图。

3 结果与分析

3.1 滇重楼根茎生物量随生长年限的动态变化

对 73 批不同生长年限滇重楼根茎的生物量进行分析。由图 2 可知，滇重楼的根茎生物量随生长年限的增加而增加。通过比较不同生长年限滇重楼根茎的生物量积累速率，滇重楼根茎的生长可分为 3 个阶段：第 1~4 年生长速度较慢为增长缓慢期，其生物量年增长（ 7.930 ± 4.998 ）g；第 5~10 年为增长快速期，其生物量年增长（ 24.129 ± 3.201 ）g；第 11 年以后为增长平缓期，其生物量年增长（ 16.756 ± 0.820 ）g。其中 7 年生滇重楼根茎生物量增长最快，平均年增长量高达（ 31.843 ± 14.225 ）g。

3.2 滇重楼根茎的不同部位中甾体皂苷含量随生长年限的动态变化

通过外标法计算 73 批不同生长年限滇重楼根

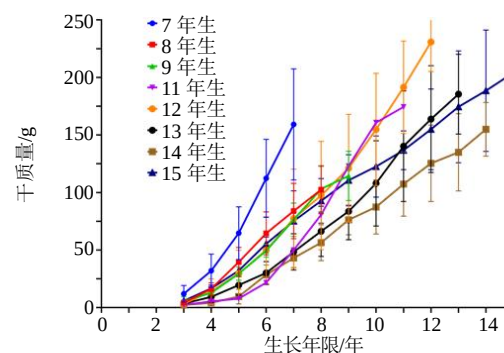


图 2 不同生长年限滇重楼生物量累积曲线

Fig. 2 Biomass accumulation curve of rhizome of PPY with different growth years

茎中重楼皂苷 I、II、III、VI、VII、H 和纤细薯蓣皂苷的含量, 结果见表 3。由结果可知, 7、8、9、11、12、13、14、15 年生等 73 批滇重楼样品中均可检测出重楼皂苷 I、II、III、VII、H 和纤细薯蓣皂苷等

6 种甾体皂苷, 有 42 批样品中检测出重楼皂苷 VI, 30 批样品中检测出重楼皂苷 V; 各甾体皂苷在不同生长年限滇重楼根茎中含量变幅差异大, 重楼皂苷 I 的平均值是 0.331%, 含量变幅为 0.056%~0.721%;

表 3 样品含量测定结果

Table 3 Content determination of samples

年限	编号	质量分数/%								重楼皂苷 I+II+VII	总皂苷	平均重楼皂苷 (I+II+VII)	平均总皂苷
		重楼皂苷 I	重楼皂苷 II	重楼皂苷 III	重楼皂苷 V	重楼皂苷 VI	重楼皂苷 VII	重楼皂苷 H	纤细薯蓣皂苷				
7 年生	S1	0.551	0.117	0.047	0.014	0.014	0.338	0.364	0.078	1.006	1.523	1.079±0.066	1.534±0.068
	S2	0.592	0.137	0.063	0.020	0.014	0.346	0.305	0.111	1.076	1.589		
	S3	0.577	0.154	0.064	0.008	0.000	0.297	0.247	0.106	1.028	1.453		
	S4	0.675	0.164	0.070	0.000	0.000	0.250	0.220	0.096	1.089	1.475		
	S5	0.721	0.214	0.061	0.029	0.000	0.261	0.188	0.158	1.196	1.632		
8 年生	S6	0.292	0.117	0.034	0.024	0.021	0.221	0.123	0.062	0.629	0.894	0.614±0.066	0.936±0.061
	S7	0.288	0.120	0.029	0.016	0.018	0.264	0.099	0.164	0.671	0.997		
	S8	0.244	0.149	0.033	0.010	0.012	0.194	0.078	0.196	0.588	0.917		
	S9	0.259	0.119	0.042	0.005	0.009	0.185	0.119	0.168	0.563	0.906		
	S10	0.392	0.152	0.039	0.005	0.013	0.171	0.102	0.163	0.715	1.038		
9 年生	S11	0.216	0.125	0.039	0.031	0.006	0.179	0.116	0.153	0.520	0.865	0.657±0.077	0.887±0.085
	S12	0.319	0.127	0.026	0.000	0.000	0.263	0.133	0.128	0.709	0.996		
	S13	0.211	0.113	0.027	0.000	0.000	0.188	0.136	0.078	0.511	0.753		
	S14	0.239	0.122	0.027	0.000	0.000	0.234	0.108	0.092	0.595	0.822		
	S15	0.321	0.162	0.031	0.000	0.000	0.194	0.118	0.089	0.677	0.915		
11 年生	S16	0.334	0.160	0.030	0.000	0.000	0.185	0.128	0.081	0.679	0.918	0.645±0.045	0.872±0.070
	S17	0.394	0.203	0.034	0.000	0.000	0.175	0.109	0.071	0.772	0.986		
	S18	0.348	0.151	0.030	0.000	0.000	0.160	0.102	0.032	0.658	0.822		
	S19	0.231	0.127	0.041	0.007	0.000	0.193	0.081	0.040	0.550	0.718		
	S20	0.334	0.179	0.062	0.013	0.000	0.143	0.079	0.077	0.656	0.886		
12 年生	S21	0.297	0.201	0.058	0.021	0.000	0.155	0.090	0.104	0.653	0.926	0.617±0.127	0.829±0.155
	S22	0.369	0.191	0.064	0.011	0.000	0.136	0.059	0.135	0.696	0.964		
	S23	0.347	0.184	0.063	0.008	0.000	0.120	0.052	0.124	0.652	0.899		
	S24	0.320	0.155	0.056	0.006	0.000	0.119	0.055	0.116	0.594	0.827		
	S25	0.370	0.153	0.044	0.008	0.000	0.121	0.041	0.111	0.644	0.849		
13 年生	S26	0.382	0.153	0.043	0.005	0.000	0.119	0.040	0.102	0.653	0.843	0.608±0.097	0.776±0.131
	S27	0.411	0.170	0.044	0.007	0.000	0.128	0.040	0.138	0.708	0.937		
	S28	0.440	0.228	0.042	0.000	0.010	0.225	0.080	0.097	0.892	1.121		
	S29	0.315	0.178	0.038	0.000	0.008	0.132	0.062	0.106	0.626	0.840		
	S30	0.318	0.179	0.043	0.000	0.013	0.154	0.066	0.145	0.651	0.917		
	S31	0.378	0.190	0.044	0.000	0.011	0.145	0.056	0.132	0.714	0.958		
	S32	0.265	0.228	0.041	0.000	0.007	0.129	0.050	0.103	0.622	0.823		
	S33	0.319	0.187	0.046	0.000	0.009	0.119	0.049	0.132	0.625	0.861		
	S34	0.299	0.235	0.041	0.000	0.008	0.109	0.042	0.128	0.643	0.861		
	S35	0.256	0.188	0.045	0.000	0.009	0.084	0.036	0.118	0.528	0.736		
	S36	0.207	0.174	0.034	0.000	0.009	0.072	0.029	0.091	0.453	0.616		
	S37	0.170	0.179	0.034	0.000	0.009	0.071	0.022	0.073	0.420	0.559		
	S38	0.293	0.207	0.030	0.013	0.018	0.098	0.049	0.022	0.598	0.731		
	S39	0.365	0.183	0.049	0.025	0.028	0.066	0.017	0.071	0.614	0.805		
	S40	0.405	0.185	0.045	0.023	0.020	0.089	0.011	0.099	0.679	0.876		
	S41	0.412	0.202	0.045	0.024	0.013	0.061	0.026	0.091	0.675	0.875		
	S42	0.467	0.140	0.054	0.024	0.070	0.061	0.012	0.066	0.668	0.894		
	S43	0.459	0.265	0.051	0.022	0.013	0.056	0.016	0.082	0.779	0.963		
	S44	0.384	0.211	0.044	0.020	0.011	0.053	0.042	0.060	0.648	0.825		
	S45	0.384	0.185	0.042	0.025	0.012	0.045	0.033	0.068	0.614	0.795		
	S46	0.301	0.173	0.039	0.017	0.005	0.043	0.028	0.059	0.517	0.665		
	S47	0.284	0.138	0.033	0.004	0.008	0.042	0.026	0.062	0.465	0.596		
	S48	0.167	0.209	0.029	0.008	0.006	0.057	0.017	0.019	0.432	0.512		

续表 3

年限	编号	质量分数/%										平均重楼皂苷 (I+II+VII)	平均总皂苷
		重楼皂苷 I	重楼皂苷 II	重楼皂苷 III	重楼皂苷 V	重楼皂苷 VI	重楼皂苷 VII	重楼皂苷 H	纤细薯蓣皂苷	重楼皂苷(I+ II+VII)	总皂苷		
14 年生	S49	0.283	0.401	0.086	0.000	0.000	0.131	0.054	0.091	0.815	1.046	0.592 ± 0.168	0.741 ± 0.211
	S50	0.119	0.068	0.013	0.000	0.000	0.062	0.030	0.025	0.249	0.318		
	S51	0.185	0.082	0.016	0.000	0.000	0.141	0.046	0.033	0.408	0.503		
	S52	0.266	0.085	0.021	0.000	0.000	0.078	0.042	0.051	0.429	0.543		
	S53	0.418	0.111	0.021	0.000	0.000	0.285	0.106	0.119	0.815	1.061		
	S54	0.280	0.126	0.025	0.000	0.000	0.070	0.030	0.079	0.476	0.610		
	S55	0.333	0.135	0.034	0.000	0.000	0.078	0.039	0.082	0.546	0.702		
	S56	0.394	0.081	0.018	0.000	0.000	0.194	0.100	0.020	0.669	0.807		
	S57	0.398	0.139	0.031	0.000	0.000	0.061	0.044	0.086	0.597	0.758		
	S58	0.377	0.186	0.029	0.000	0.000	0.078	0.037	0.080	0.641	0.788		
15 年生	S59	0.402	0.211	0.026	0.000	0.000	0.096	0.044	0.080	0.709	0.859	0.458 ± 0.121	0.554 ± 0.143
	S60	0.460	0.199	0.039	0.000	0.000	0.087	0.040	0.077	0.746	0.901		
	S61	0.371	0.174	0.046	0.000	0.007	0.061	0.046	0.060	0.605	0.764		
	S62	0.368	0.183	0.048	0.000	0.008	0.047	0.021	0.054	0.598	0.729		
	S63	0.274	0.174	0.042	0.000	0.020	0.037	0.016	0.046	0.484	0.608		
	S64	0.255	0.147	0.033	0.000	0.015	0.031	0.011	0.033	0.433	0.525		
	S65	0.224	0.157	0.032	0.000	0.008	0.033	0.011	0.028	0.414	0.493		
	S66	0.244	0.202	0.039	0.000	0.014	0.046	0.009	0.022	0.493	0.577		
	S67	0.256	0.199	0.043	0.000	0.011	0.044	0.015	0.039	0.499	0.607		
	S68	0.266	0.199	0.031	0.000	0.009	0.031	0.015	0.035	0.496	0.585		
	S69	0.337	0.211	0.039	0.000	0.010	0.036	0.017	0.035	0.583	0.684		
	S70	0.282	0.188	0.030	0.000	0.009	0.044	0.013	0.028	0.513	0.593		
	S71	0.171	0.115	0.027	0.000	0.006	0.025	0.005	0.022	0.312	0.374		
	S72	0.192	0.151	0.032	0.000	0.006	0.026	0.009	0.045	0.369	0.461		
	S73	0.056	0.066	0.011	0.000	0.005	0.029	0.008	0.033	0.152	0.209		

重楼皂苷 II 的平均值是 0.167%，含量变幅为 0.066%~0.401%；重楼皂苷 III 的平均值是 0.039%，含量变幅为 0.011%~0.086%；重楼皂苷 V 的平均值是 0.006%，含量变幅为 0.004%~0.031%；重楼皂苷 VI 的平均值是 0.007%，含量变幅为 0.005%~0.070%；重楼皂苷 VII 的平均值是 0.125%，含量变幅为 0.025%~0.346%；重楼皂苷 H 的平均值是 0.067%，含量变幅为 0.005%~0.364%；纤细薯蓣皂苷的平均值是 0.084%，含量变幅为 0.019%~0.196%。通过比较滇重楼根茎中甾体皂苷含量随生长年限波动的变异系数可得，重楼皂苷 II (29.401%) < 重楼皂苷 III (34.231%) < 重楼皂苷

I (34.734%) < 纤细薯蓣皂苷 (49.957%) < 重楼皂苷 VII (64.418%) < 重楼皂苷 H (98.854%) < 重楼皂苷 VI (135.365%) < 重楼皂苷 V (144.505%)，其中重楼皂苷 V 和重楼皂苷 VI 的变异度较大，变异系数 > 100%，说明重楼皂苷 V 和重楼皂苷 VI 随生长年限的波动幅度大；根据《中国药典》中规定的中药重楼检测要求，除 14 年生和 15 年生滇重楼样品外，其余 6 个生长年限滇重楼样品重楼皂苷 I、II、VII 三者总含量高于 0.6%，符合药典标准，其中 7 年生样品含量最高，高达 $(1.079 \pm 0.066) \%$ 。不同生长年限滇重楼根茎中甾体皂苷含量随生长年限的动态变化见图 3。滇重楼根茎中主要活性成

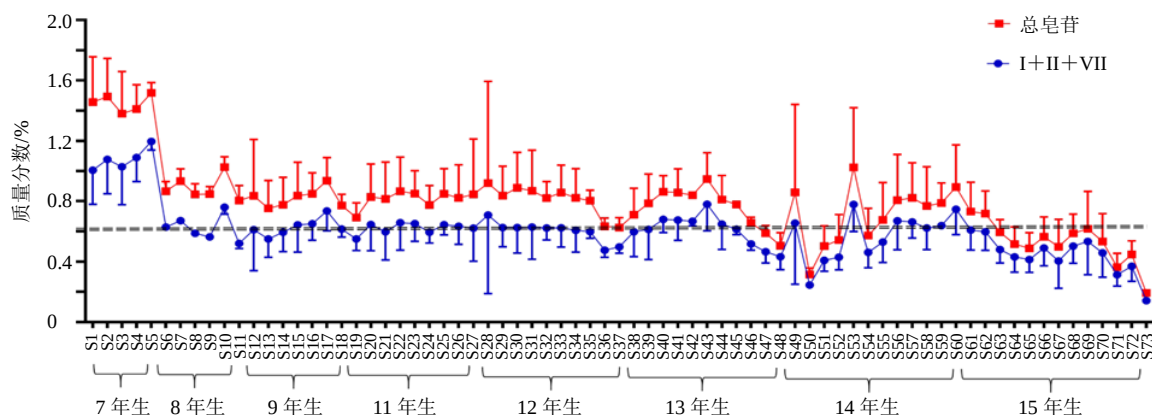


图 3 不同生长年限滇重楼根茎中重楼皂苷 I、II、VII 含量之和和总皂苷含量

Fig. 3 Contents of detected components and total saponin in PPY with different growth years

分含量在不同生长年限的变化呈随机波动,无规律,重楼皂苷I、II、VII三者含量之和的变化趋势同总皂苷的变化趋势大致相似;除7年生、11年生外,同一年生长年限滇重楼的不同生长部位根茎中总皂苷含量随生长年限增加整体呈先升高后降低的趋势。

3.3 主成分分析

为全面评价滇重楼药材的质量,对73批不同年限滇重楼样品进行主成分分析,以累积方差贡献率 $\geq 85\%$ 为提取原则,取得4个主成分并计算主成分得分,初始特征值和方差贡献率结果见表4,主成分得分和综合得分结果见表5。由表4可知,前4个主成分累积方差贡献率达85.247%,说明提取的4个主成分具有良好的代表性,可以反映不同年限滇重楼样品的综合质量。由表5结果显示,7年生滇重楼样品(S1~S5)的综合得分均位列前7,表明7年生滇重楼样品整体质量较其他年限药材最好。

表4 特征值和方差贡献率

Table 4 Characteristic value and variance contribution rate

主成分因子	特征值	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
1	3.011	37.642	37.642
2	1.889	23.618	61.260
3	1.221	15.266	76.526
4	0.698	8.721	85.247

4 讨论

选取合理的指标性成分或有效成分进行HPLC分析是中药质量控制与评价研究的重要前提^[13]。据报道滇重楼具有抗肿瘤^[14-15]、抗菌^[16-17]、抗病毒^[18]、抗炎^[19-20]等药理作用,其中重楼皂苷I能诱导肺癌细胞凋亡,并有望成为奥希替尼治疗肺癌时产生耐药性的治疗剂^[21-22];重楼皂苷II通过调节EMT相关因子和基质金属蛋白酶(MMPS)抑制膀胱癌的侵袭和转移^[23-24];重楼皂苷III除免疫调节外,能显著抑制乳腺癌细胞的增殖^[25]。重楼皂苷VI可有效地抑制结肠癌细胞的迁移和侵袭^[26]。重楼皂苷V和重楼皂苷VI对白色念珠菌具有显著的抗真菌作用^[27]。重楼皂苷VII可抑制破骨细胞分化,可治疗骨质疏松症^[28]。重楼皂苷H能引起血小板聚集,产生止血作用^[29-30]。纤细薯蓣皂苷有调节血脂、抗肿瘤等作用^[31]、能够抑制破骨细胞的生成及其骨吸收功能^[32]。因此除《中国药典》2020年版^[2]中重楼药材的3种质控指标外,

表5 主成分和主成分得分

Table 5 Principal component and scores of principal component

编号	PC1	PC2	PC3	PC4	综合得分	排名
S1	4.44	-2.12	1.56	-2.09	1.22	4
S2	5.21	-0.96	1.26	-1.32	1.81	3
S3	4.10	-1.16	-0.57	-1.30	1.07	5
S4	3.89	-0.68	-1.27	-1.90	0.94	7
S5	5.21	0.63	-0.18	-0.27	2.06	1
S6	0.90	-0.34	2.64	-0.23	0.64	16
S7	1.48	-1.02	1.80	1.92	0.76	12
S8	1.03	-0.64	0.59	2.70	0.56	19
S9	1.11	-1.11	0.36	1.80	0.37	23
S10	1.38	-0.41	0.29	1.25	0.58	17
S11	1.47	-0.37	1.67	2.03	0.90	10
S12	0.92	-2.37	-0.16	0.72	-0.17	38
S13	-0.36	-2.20	0.09	0.07	-0.63	60
S14	-0.03	-2.16	-0.05	0.38	-0.50	55
S15	0.30	-1.40	-0.55	-0.09	-0.31	45
S16	0.27	-1.44	0.49	-0.34	-0.34	46
S17	0.43	-0.64	-1.01	-0.75	-0.21	41
S18	-0.45	-1.22	-0.31	-1.29	-0.62	59
S19	-0.33	-1.08	0.13	-0.53	-0.40	47
S20	0.99	0.62	-0.59	-0.22	0.41	22
S21	1.41	0.83	-0.33	0.53	0.72	13
S22	1.49	0.85	-1.03	0.88	0.68	15
S23	1.03	0.75	-1.09	0.73	0.46	21
S24	0.55	0.13	-0.75	0.69	0.18	28
S25	0.34	-0.08	-0.41	0.55	0.10	30
S26	0.17	-0.17	-0.55	0.29	-0.03	33
S27	0.78	0.06	-0.72	0.93	0.28	27
S28	1.21	0.19	-0.85	-0.32	0.34	24
S29	-0.07	-0.14	-0.44	0.46	-0.09	37
S30	0.60	0.06	-0.31	1.20	0.30	25
S31	0.65	0.29	-0.57	0.74	0.29	26
S32	-0.21	0.49	-1.06	0.58	-0.08	36
S33	0.26	0.34	-0.70	0.98	0.16	29
S34	0	0.74	-1.16	0.99	0.08	31
S35	-0.42	0.51	-0.67	0.98	-0.05	35
S36	-1.31	0.11	-0.26	0.71	-0.45	50
S37	-1.67	0.19	-0.26	0.50	-0.58	58
S38	-0.94	1.03	0.97	-0.95	-0.04	34
S39	0.26	2.46	2.00	0	0.98	6
S40	0.57	1.92	1.35	0.45	0.91	9
S41	0.53	1.93	0.80	0.19	0.79	11
S42	0.65	3.89	4.97	-0.50	1.88	2
S43	0.77	2.85	-0.06	-0.24	0.93	8
S44	0.07	1.75	0.47	-0.47	0.47	20
S45	0.08	1.69	1.09	-0.16	0.58	18
S46	-0.74	0.90	0.40	-0.09	-0.01	32
S47	-1.43	0.03	0.33	-0.08	-0.49	53
S48	-2.11	0.65	-0.09	-0.47	-0.70	63
S49	1.39	3.45	-4.07	-0.12	0.71	14
S50	-3.12	-2.00	0.81	-0.12	-1.53	72
S51	-2.12	-2.16	0.63	-0.29	-1.24	71
S52	-1.87	-1.61	0.41	-0.24	-1.04	69
S53	1.00	-2.56	0.08	0.33	-0.19	39
S54	-1.50	-0.96	-0.17	0.28	-0.79	65
S55	-0.88	-0.63	-0.44	0.05	-0.54	56
S56	-0.67	-2.44	0.65	-1.57	-0.87	67
S57	-0.73	-0.57	-0.45	-0.12	-0.49	54
S58	-0.78	-0.18	-0.87	-0.17	-0.48	52
S59	-0.56	-0.10	-1.06	-0.29	-0.42	48
S60	-0.10	0.28	-1.19	-0.61	-0.20	40
S61	-0.55	0.53	-0.56	-0.68	-0.23	42
S62	-0.79	0.92	-0.63	-0.70	-0.24	43
S63	-1.49	1.11	0.37	-0.47	-0.28	44
S64	-2.07	0.40	0.52	-0.57	-0.65	61
S65	-2.24	0.17	0.01	-0.55	-0.85	66
S66	-1.86	1.08	-0.18	-0.82	-0.54	57
S67	-1.53	1.02	-0.45	-0.56	-0.45	51
S68	-1.94	0.65	-0.36	-0.62	-0.68	62
S69	-1.37	1.09	-0.58	-0.94	-0.43	49
S70	-1.93	0.47	-0.21	-0.79	-0.72	64
S71	-2.82	-0.48	0.42	-0.39	-1.15	70
S72	-2.29	0.03	-0.10	-0.07	-0.87	68
S73	-3.69	-1.68	1.15	0.38	-1.58	73

滇重楼中其他皂苷的质量控制对临床应用也有一定指导意义。

本研究以《中国药典》2015 年版^[33]、2020 年版^[2]规定的中药重楼评价性指标成分重楼皂苷 I、II、VI、VII 作为基础^[2]，结合文献报道^[34-35]常用于滇重楼质量评价的重楼皂苷 III、V、H 和纤细薯蓣皂苷共 8 种甾体皂苷作为 HPLC 分析的有效成分。本方法通过考察了不同的色谱柱 (Agilent SB-C₁₈ 柱和 Agilent ZORBAX SB-Aq 柱)、柱温 (21、25、30 °C)、体积流量 (0.6、0.7、0.8、1.0 mL/min)、流动相比比例体系，以峰面积的大小、峰型、出峰时间等为选择标准，综合考虑最终确定了最佳的色谱条件，柱温为 25 °C，体积流量是 0.70 mL/min，流动相是水 (A) 和乙腈 (B)，梯度洗脱程序为 0~10 min，35%~40%B；10~22 min，40%~42%B；22~23 min，42%~40%B；23~38 min，40%B；38~45 min，40%~47%B；检测波长 203 nm。本方法相较于李懿等^[36]建立的 6 种甾体皂苷 (重楼皂苷 I、II、VI、VII、PA、H) 含量分析方法的时间缩短至 1/3；较金琳等^[37]建立的 7 种甾体皂苷 (重楼皂苷 I、II、III、V、VI、VII、H) 含量分析方法，新增了纤细薯蓣皂苷，且最后一个成分重楼皂苷 V 的出峰时间提前 15 min。本方法采用梯度洗脱法分离滇重楼根茎中 8 种主要甾体皂苷成分，重楼皂苷 I、II、III、V、VI、VII、H 和纤细薯蓣皂苷在 30 min 内即可完成良好的分离，较黄圆圆等^[38]建立的 8 种甾体皂苷含量 UPLC 分析方法提前了 5 min，达到了快速分析的要求。本实验基于 HPLC 建立的滇重楼中重楼皂苷 I、II、III、V、VI、VII、H 和纤细薯蓣皂苷等 8 种甾体皂苷的含量测定方法具有良好的精密度、重复性、稳定性、和准确度，为进一步全面评价滇重楼药材质量提供了一个新方法。

甾体皂苷作为滇重楼药材的主要次生代谢产物，其含量的高低影响了滇重楼品质的优劣^[39]。目前《中国药典》2020 年版^[2]重楼标准采用重楼皂苷 I、II、VII 作为质量控制指标，较《中国药典》2015 年版^[33]则删除了重楼皂苷 VI。Yue 等^[40]和黄圆圆等^[38]研究结果显示不同的采收期、产地滇重楼中重楼皂苷 I、II、VII 含量及检出率均比重楼皂苷 VI 高。本研究通过分析不同生长年限滇重楼根茎中甾体皂苷含量发现，重楼皂苷 V 和重楼皂苷 VI 仅在部分根茎中检出且含量较低。该结果与前人报道一致，说明重楼皂苷 VI 检出含量对滇重楼药材是否符合限度

标准并未造成影响。此外，通过比较滇重楼根茎的不同部位中 8 种甾体皂苷总量和重楼皂苷 I、II、VII 三者总量随生长年限的变化可知，两者随生长年限的变化趋势一致。以上结果进一步证明了《中国药典》2020 年版^[2]删除重楼皂苷 VI，将重楼皂苷 I、II、VII 作为滇重楼的质量控制指标是科学合理的，此举对于滇重楼药材的质量控制具有重要的意义。

甾体皂苷作为滇重楼药材的主要活性成分，其形成和积累与栽培年限密切相关^[41]。Yang 等^[42]研究发现 4~8 年生滇重楼中总皂苷 (重楼皂苷 I、II、VI、VII) 含量逐年增加，8~12 年生则是逐年递减。Wu 等^[43]分析 4~13 年生滇重楼中重楼皂苷 I、II、VI、VII 含量结果显示，重楼总皂苷含量随着年限的增加先成倍增加，再逐渐减少，最后呈现缓慢增加的趋势，其中 8 年生达到最高。本研究发现滇重楼中甾体皂苷活性成分含量变化随生长年限的增加整体呈先上升后下降的趋势，7 年生总皂苷 (I、II、VII) 含量最高，这与前人的研究结果不尽相同，可能是与药材的品种和产地有关。李燕敏等^[44]基于茎痕分别对 3~7 年、3~8 年和 3~9 年的七叶一枝花样品进行皂苷 (重楼皂苷 I、II、V、VI、VII) 含量分析，结果显示不同年限七叶一枝花甾体皂苷的含量总体上呈现随年限增长而增加的趋势。但本研究表明，甾体皂苷活性成分含量并不是随着年限的增长而不断增加或者降低，而是呈“波浪式”变化，无规律。这可能是因为研究对象不一致，且不同居群生长地生态环境存在差异。夏从龙等^[45]和张焯等^[17]研究发现，滇重楼中重楼皂苷 I、II、VI、VII 在不同生长发育时期和生长年限中的积累处于一个动态的过程，该结果与本研究一致，说明滇重楼中甾体皂苷的积累与植物自身的生长年限有关，但并不意味着种植年限越长，越有利于重楼皂苷的积累。

传统认为以根茎为药用部位的药材，根重大则质量优，其根重即生物量可作为评价药材优劣的重要指标^[46]。本研究发现，7~15 年生滇重楼根茎生物量均随生长年限的增加而增加，可呈增长缓慢期 (第 1~4 年)、增长快速期 (第 5~10 年) 和增长平缓期 (第 11 年之后) 3 个阶段式变化，其中 7 年生滇重楼根茎生物量增长速度最快，年增长量达 (31.843±14.225) g。王元忠等^[47]和陈翠等^[48]研究发现，滇重楼植株的根茎生物量均随生长年限增加而增加，自 6 年以后植株根茎生物量积累速度变慢。

本研究与之不同,滇重楼种植 6 年后根茎生物量仍处于增长快速期,分析原因可能是本次研究的滇重楼药材栽培年限较长。

综上,基于 HPLC 建立的滇重楼中重楼皂苷 I、II、III、V、VI、VII、H 和纤细薯蓣皂苷 8 种重楼皂苷的含量分析方法具有良好的精密度、重复性、稳定性和准确度,便于滇重楼的定量评价和质量控制;确定适宜的采收期是保证中药材优质和保障中药临床用药有效性的重要环节,如何把握好中药材的适宜采收时机需要从产量和质量两个方面进行综合考虑^[49-50]。本研究结果显示,7 年生滇重楼根茎中总皂苷含量较高,兼顾根茎生物量与总皂苷含量,建议采收 7 年生药材为宜。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 魏·吴普等述清孙星衍. 神农本草经 [M]. 曹云点校. 南宁: 广西科学技术出版社, 2016.
- [2] 中国药典 [S]. 一部. 2020: 26.
- [3] 刘巨钊, 马苗苗, 田晓黎, 等. 基于文献计量学的重楼研究现状及热点分析 [J]. 药物评价研究, 2022, 45(11): 2347-2356.
- [4] 王宇飞, 江媛, 杨成金, 等. 滇重楼化学成分、药理作用和临床应用研究进展 [J]. 中草药, 2022, 53(23): 7633-7648.
- [5] 赵飞亚, 陶爱恩, 管鑫, 等. 重楼非药用部位化学成分、药理作用和资源化利用模式的研究进展 [J]. 中草药, 2021, 52(8): 2449-2457.
- [6] 戴雪雯, 冯丽丽, 李海峰. 不同种植基地滇重楼根茎中甾体皂苷有效成分差异的研究 [J]. 中药材, 2018, 41(4): 777-783.
- [7] 何忠俊, 黄希, 梁社往, 等. 滇重楼根茎皂苷含量与生态因子的关系 [J]. 生态环境学报, 2016, 25(3): 409-414.
- [8] 赵庭周. 滇重楼可持续采收方法初探 [J]. 中国野生植物资源, 2012, 31(1): 69-72.
- [9] Wu Z, Zhang J, Xu F R, et al. Rapid and simple determination of polyphyllin I, II, VI, and VII in different harvest times of cultivated *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz by UPLC-MS/MS and FT-IR [J]. *J Nat Med*, 2017, 71(1): 139-147.
- [10] 王林娜, 胡培, 杨光义, 等. 不同生长年限的 6 种重楼属植物根茎中 9 种皂苷含量动态累积比较 [J]. 中国药师, 2018, 21(12): 2123-2127.
- [11] 张烨, 吕霜霜, 周浓, 等. 不同生长年限滇重楼中 4 种重楼皂苷的含量比较 [J]. 中国药房, 2011, 22(43): 4081-4083.
- [12] 任江剑, 孙健, 沈晓霞, 等. 不同生长年限和种源的浙产七叶一枝花产量和品质分析 [J]. 科技通报, 2020, 36(10): 10-14.
- [13] 李欢, 黑小斌, 李依民, 等. HPLC 分析不同年限药用大黄不同部位中 10 种成分的积累特征 [J]. 中草药, 2019, 50(7): 1690-1697.
- [14] 何昊, 刘杨, 钱小英, 等. 重楼皂苷 VII 对胰腺癌 PANC-1 细胞增殖、迁移与侵袭作用及机制研究 [J]. 中草药, 2021, 52(7): 1981-1986.
- [15] 杨青淑, 王婧, 江媛, 等. 重楼属植物分子生物学研究进展 [J]. 中草药, 2021, 52(15): 4763-4770.
- [16] Ugbogu O C, Emmanuel O, Agi G O, et al. A review on the traditional uses, phytochemistry, and pharmacological activities of clove basil (*Ocimum gratissimum* L.) [J]. *Heliyon*, 2021, 7(11): e08404.
- [17] 王奇飒, 孙东杰, 何黎, 等. 重楼总皂苷及不同皂苷成分对痤疮相关病原菌抑菌效果的评价 [J]. 中国皮肤性病学杂志, 2016, 30(9): 899-901.
- [18] 王文平. 重楼皂苷 I、II、VII 的毒性评价及重楼皂苷 I 的肝毒性机制探究 [D]. 北京: 北京中医药大学, 2021.
- [19] Mao F L, Wu A P. Polyphyllin I alleviates lipopolysaccharide-induced inflammation reduces pyroptosis in BEAS-2B and HPAEC cells by inhibiting NF- κ B signaling [J]. *Allergol Immunopathol*, 2022, 50(4): 23-30.
- [20] Gupta D D, Mishra S, Verma S S, et al. Evaluation of antioxidant, anti-inflammatory and anticancer activities of diosgenin enriched *Paris polyphylla* rhizome extract of Indian Himalayan landraces [J]. *J Ethnopharmacol*, 2021, 270: 113842.
- [21] Lai L, Shen Q P, Wang Y J, et al. Polyphyllin I reverses the resistance of osimertinib in non-small cell lung cancer cell through regulation of PI3K/Akt signaling [J]. *Toxicol Appl Pharmacol*, 2021, 419: 115518.
- [22] You L J, Geng H, Yang X F, et al. The comparison analysis of polyphyllin I and its analogues induced apoptosis of colon and lung cancer cells via mitochondrial dysfunction [J]. *Basic Clin Pharmacol Toxicol*, 2021, 129(1): 15-25.
- [23] 黄华婷, 彭胡麟玥, 刘曼婷, 等. 重楼皂苷 II 的药理作用、药代动力学及不良反应研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2023, 29(8): 257-265.
- [24] Niu W P, Xu L, Li J W, et al. Polyphyllin II inhibits human bladder cancer migration and invasion by regulating EMT-associated factors and MMPs [J]. *Oncol Lett*, 2020, 20(3): 2928-2936.
- [25] 周雨露. 重楼皂苷 III 抗乳腺癌作用及其耐药机制研究 [D]. 杭州: 浙江大学, 2020.

- [26] 李宇华, 孙阳, 樊磊, 等. 重楼皂苷 VI 抑制结肠癌 LoVo 细胞转移的作用及机制研究 [J]. 华南国防医学杂志, 2015, 29(8): 571-574.
- [27] Qin X J, Ni W, Chen C X, *et al.* Seeing the light: Shifting from wild rhizomes to extraction of active ingredients from above-ground parts of *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* [J]. *J Ethnopharmacol*, 2018, 224: 134-139.
- [28] Zhou L, Song H Y, Zhang Y Q, *et al.* Polyphyllin VII attenuated RANKL-induced osteoclast differentiation via inhibiting of TRAF6/c-Src/PI3K pathway and ROS production [J]. *BMC Musculoskelet Disord*, 2020, 21(1): 112.
- [29] 丛悦, 柳晓兰, 余祖胤, 等. 重楼皂苷 H 诱导血小板聚集效应及其机制的研究 [J]. 解放军医学杂志, 2010, 35(12): 1429-1432.
- [30] 管鑫, 李若诗, 段宝忠, 等. 重楼属植物化学成分、药理作用研究进展及质量标志物预测分析 [J]. 中草药, 2019, 50(19): 4838-4852.
- [31] Min H Y, Jang H J, Park K H, *et al.* The natural compound gracillin exerts potent antitumor activity by targeting mitochondrial complex II [J]. *Cell Death Dis*, 2019, 10(11): 810.
- [32] 韦继勇, 李毅成, 熊锋, 等. 纤细薯蓣皂苷对破骨细胞的分化及其骨吸收功能的影响 [J]. 广西医科大学学报, 2020, 37(4): 664-669.
- [33] 中国药典 [S]. 一部. 2015: 23.
- [34] Guan L J, Ju B Y, Zhao M, *et al.* Influence of drying process on furostanoside and spirostanoside profiles of *Paridis Rhizoma* by combination of HPLC, UPLC and UPLC-QTOF-MS/MS analyses [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2021, 197: 113932.
- [35] 巨博雅, 李燕敏, 朱厚达, 等. 关于完善 2020 年版《中国药典》重楼饮片质量标准 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2019, 25(19): 93-101.
- [36] 李懿, 何佳, 赵庭周, 等. HPLC 同时测定不同产地滇重楼中的 6 种重楼皂苷 [J]. 中成药, 2012, 34(1): 113-116.
- [37] 金琳, 吴钰颖, 戴雪雯, 等. 基于多指标成分含量测定及 HPLC 指纹图谱的多茎重楼品质评价 [J]. 中草药, 2019, 50(13): 3178-3186.
- [38] 黄圆圆, 刘大会, 彭华胜, 等. 15 种重楼属植物中 8 种甾体皂苷的含量测定 [J]. 中国中药杂志, 2017, 42(18): 3443-3451.
- [39] 王嘉乐, 杨青淑, 江媛, 等. 重楼道地性研究进展 [J]. 中草药, 2022, 53(8): 2572-2581.
- [40] Yue J Q, Li Z M, Zuo Z T, *et al.* Study on the identification and evaluation of growth years for *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* using deep learning combined with 2DCOS [J]. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 2021, 261: 120033.
- [41] Gao X Y, Zhang X, Chen W, *et al.* Transcriptome analysis of *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* illuminates the biosynthesis and accumulation of steroidal saponins in rhizomes and leaves [J]. *Phytochemistry*, 2020, 178: 112460.
- [42] Yang Y G, Zhang J, Zhao Y L, *et al.* Quantitative determination and evaluation of *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* with different harvesting times using UPLC-UV-MS and FT-IR spectroscopy in combination with partial least squares discriminant analysis [J]. *Biomed Chromatogr*, 2017, 31(7): e3913.
- [43] Wu Z, Zhang J, Xu F R, *et al.* Rapid and simple determination of polyphyllin I, II, VI, and VII in different harvest times of cultivated *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz by UPLC-MS/MS and FT-IR [J]. *J Nat Med*, 2017, 71(1): 139-147.
- [44] 李燕敏, 丁立帅, 王晶晶, 等. 基于茎痕判定的不同生长年限重楼药材中皂苷含量分析 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(12): 42-46.
- [45] 夏从龙, 赵杰, 吕霜霜, 等. 不同生长年限滇重楼 HPLC 指纹图谱的研究 [J]. 中国现代应用药学, 2011, 28(6): 515-519.
- [46] 康传志, 周涛, 郭兰萍, 等. 根及根茎类中药材商品规格及等级标准的划分现状分析 [J]. 贵州农业科学, 2014, 42(8): 217-220.
- [47] 王元忠, 张霁, 沈涛, 等. 不同生长年限滇重楼的生物量分配与异速生长研究 [J]. 中草药, 2022, 53(11): 3456-3462.
- [48] 陈翠, 谭敬菊, 杨丽云, 等. 云南重楼生物量积累与营养分配研究 [J]. 西南农业学报, 2016, 29(2): 402-407.
- [49] 李化, 黄璐琦, 杨滨. 论植物物候学指导中药材采收期的研究 [J]. 中国药理学杂志, 2008, 43(19): 1441-1444.
- [50] 王明喜. 浅谈中药的采收与质量的关系 [J]. 中医临床研究, 2016, 8(13): 116-117.

[责任编辑 时圣明]