

基于智能感官技术与化学计量学比较不同采收季节肉苁蓉的品质

朱田田^{1,2,3,4}, 张菁¹, 晋玲^{1,2,3*}, 刘天乐¹, 杨白梅¹, 张帅¹, 李明露¹, 李蕊燕¹

1. 甘肃中医药大学药学院, 甘肃 兰州 730000

2. 西北中藏药省部共建协同创新中心, 甘肃 兰州 730000

3. 甘肃省珍稀中药资源评价与保护利用工程研究中心, 甘肃 兰州 730000

4. 甘肃省高校中(藏)药化学与质量研究省级重点实验室, 甘肃 兰州 730000

摘要: **目的** 采用智能感官结合化学计量学方法对春秋两季节采收肉苁蓉 *Cistanche deserticola* 进行品质评价, 为肉苁蓉的生产和质量控制提供参考。 **方法** 利用色差仪测定肉苁蓉样品的色度值, 利用电子鼻测定肉苁蓉的气味, 采用 HPLC 测定肉苁蓉的环烯醚萜和苯乙醇苷含量, 最后测定其多糖含量, 采用皮尔逊相关性分析、正交-偏最小二乘法判别分析等方法进行综合分析, 比较春季和秋季采收肉苁蓉的质量。 **结果** 秋季和春季采收肉苁蓉药材气味差异主要在氮氧化合物和萜烯类成分。颜色上春季采收肉苁蓉的色度值 L^* 和 b^* 高于秋季, 说明春季的明亮色和黄色高于秋季, 秋季采收肉苁蓉颜色更深。质地上秋季采收肉苁蓉硬度值显著低于春季, 秋季采收肉苁蓉质地更为柔软; 苯乙醇苷类和环烯醚萜类含量二者差异显著, 秋季采收肉苁蓉的京尼平苷酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 和毛蕊花糖苷含量均显著高于春季, 分别是春季采收肉苁蓉的 2.1、4.1、3.1、3.4、1.4 倍。多糖含量为秋季采收肉苁蓉低于春季, 但二者差异不显著。 **结论** 秋季采收肉苁蓉较春季在颜色上更深, 质地上更柔软, 主要活性成分苯乙醇苷类和环烯醚萜类成分含量更高。研究结果可为不同季节采收肉苁蓉的品质评价提供依据。

关键词: 肉苁蓉; 采收季节; 品质; 外观性状; 苯乙醇苷; 环烯醚萜; 京尼平苷酸; 马钱苷酸; 松果菊苷; 肉苁蓉苷 A; 毛蕊花糖苷

中图分类号: R286.12 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2025)19-7168-10

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2025.19.026

Comparison of quality of *Cistanche deserticola* harvested in different seasons based on intelligent sensory technology and chemometrics

ZHU Tiantian^{1,2,3,4}, ZHANG Jing¹, JIN Ling^{1,2,3}, LIU Tianle¹, YANG Baimei¹, ZHANG Shuai¹, LI Minglu¹, LI Ruiyan¹

1. College of Pharmacy, Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China

2. Northwest Collaborative Innovation Center for Traditional Chinese Medicine and Tibetan medicine Co-constructed by Gansu Province & MOE of PRC, Lanzhou 730000, China

3. Engineering Research Center for Evaluation, Protection, and Utilization of Rare Traditional Chinese Medicine Resources, Lanzhou 730000, China

4. Key Laboratory of Chemistry and Quality for TCM of College of Gansu Province, Lanzhou 730000, China

Abstract: Objective To evaluate the quality of *Cistanche deserticola* harvested in spring and autumn using intelligent sensory combined with chemometrics methods, providing a reference for the production and quality control of *C. deserticola*. **Methods** The chromaticity values of *C. deserticola* samples were measured using a colorimeter, the odor was determined using an electronic nose, and the contents of iridoids and phenylethanoid glycosides were assayed by HPLC. The polysaccharide content was also determined. Comprehensive analysis was performed using Pearson correlation analysis, orthogonal partial least squares discriminant analysis, and other methods to compare the quality of *C. deserticola* harvested in spring and autumn. **Results** The primary differences in odor

收稿日期: 2025-05-02

基金项目: 甘肃省自然科学基金项目(23JRRA1213); 甘肃省科技重大专项(23ZDFA013-1); 中药保障与创新能力提升项目(甘中医药综函(2024)14号); 甘肃省高校中(藏)药化学与重点实验室开放基金资助项目(zzy-2024-05); 中国工程院战略研究咨询项目(GS2021ZDA06); 甘肃省珍稀中药资源评价与保护利用工程研究中心开放基金资助项目(GSXZY202203)

作者简介: 朱田田, 女, 副教授, 从事中药资源评价与分子生药学研究。E-mail: ztt0935@163.com

*通信作者: 晋玲, 教授, 从事中(藏)药资源评价、保护及可持续利用研究。E-mail: jinl@gszy.edu.cn

between *C. deserticola* harvested in autumn and spring were in nitrogen oxides and terpene components. In terms of color, the L^* and b^* values of spring-harvested *C. deserticola* were higher than those of autumn-harvested samples, indicating brighter and more yellow hues in spring compared to the darker color of autumn-harvested samples. In terms of texture, the hardness value of autumn-harvested *C. deserticola* was significantly lower than that of spring-harvested samples, suggesting a softer texture in autumn. Significant differences were also observed in the contents of phenylethanoid glycosides and iridoids, with autumn-harvested samples showing significantly higher levels of geniposidic acid, loganic acid, echinacoside, cistanoside A, and verbascoside, which were 2.1, 4.1, 3.1, 3.4, and 1.4 times higher, respectively, than those in spring-harvested samples. The polysaccharide content of autumn-harvested *C. deserticola* was lower than that of spring-harvested samples, but the difference was not significant. **Conclusion** *C. deserticola* harvested in autumn is darker in color and softer in texture compared to spring, and has a higher content of the main active components, phenylethanol glycosides and iridoids. This study provides a reference for quality evaluation of *C. deserticola* harvested in different seasons.

Key words: *Cistanche deserticola* Y. C. Ma; harvesting season; quality; appearance traits; phenylethanoid glycosides; iridoids; geniposidic acid; loganic acid; echinacoside; cistanoside A; verbascoside

肉苁蓉是列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 或管花肉苁蓉 *C. tubulosa* (Schenk) Wight 干燥带鳞叶的肉质茎^[1], 始载于《神农本草经》, 被列为上品, 是中国名贵药材之一。历代肉苁蓉的本草记载多以“松子鳞甲”为优质品的标准, 以质柔润、肉厚紧实、肥大者为佳, 延续至今日, 以“油亮、体重、肥厚、质柔润、味甘”为优质肉苁蓉的性状特征^[2]。苯乙醇苷类和多糖是肉苁蓉主要化学成分和活性成分, 苯乙醇苷为肉苁蓉品质评价指标成分之一, 在抗氧化、保护肝脏、心肌、神经细胞、增强记忆等方面发挥着积极作用^[3]。肉苁蓉多糖具有免疫调节、抗病毒、抗癌、降血糖、防治心脏病、通便等作用^[4], 环烯醚萜是肉苁蓉的主要化学成分之一, 具有抗菌、抗炎、镇痛作用^[5], 这些成分是影响肉苁蓉临床疗效的重要因素。《中国药典》2020年版规定, 肉苁蓉春季苗刚出土时或秋季冻土之前采挖, 除去茎尖, 切段, 晒干, 分别称为春大芸和秋大芸。春秋季节采收的肉苁蓉其成分有所差异, 有研究表明, 秋季采收的肉苁蓉中松果菊苷和毛蕊花糖苷2个指标成分含量明显比春季采收的高^[6]。此外, 钱浩等^[7]补充测定不同季节采收肉苁蓉的肉苁蓉苷 A 和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷含量, 王雪媛等^[8]发现不同采收季节肉苁蓉的多糖含量均较高, 秋季采收样品相对更高。但目前对于春季肉苁蓉和秋季肉苁蓉的品质差异研究仍然较为片面。

基于上述原因, 本研究以春季和秋季采收肉苁蓉为研究对象, 采用色差仪、电子鼻等技术将肉苁蓉性状鉴别客观量化、利用 HPLC 测定苯乙醇苷、环烯醚萜类含量, 并测其多糖含量, 分析成分差异, 探究不同季节对肉苁蓉品质的影响, 运用化学计量

法对不同季节采收肉苁蓉进行综合评价, 旨在进一步完善不同季节肉苁蓉的质量评价体系。

1 材料与仪器

1.1 材料

本研究中实验材料选取不同季节采收肉苁蓉的鳞状茎(图1)。所有植株均采自内蒙古阿拉善左旗海图嘎查和甘肃民勤(表1)。于成药期(2023年10~11月和2024年4~5月)采集, 由甘肃中医药大学晋玲教授鉴定为列当科肉苁蓉属植物肉苁蓉 *C. deserticola* Y. C. Ma 的鳞状茎, 样本 50 °C 烘干, 粉碎, 过 4 号筛, 干燥保存用于性状及理化分析。

对照品京尼平苷酸(批号 O30IB228770)、8-表马钱子酸(批号 J19IB220673)、马钱苷酸(批号 M07HB177364)、松果菊苷(批号 N25GB168967)、肉苁蓉苷 A(批号 S23HB195899)、毛蕊花糖苷(批号 J13IB220118)、2'-乙酰基毛蕊花糖苷(批号 O13GB163872)、无水葡萄糖(批号 S17HB195198), 上海源叶生物科技有限公司, 质量分数 > 98%。甲酸、乙腈、甲醇均为色谱纯。水为娃哈哈饮用水。



图1 秋季(A)和春季(B)采收肉苁蓉切片
Fig. 1 Pictures of sliced *C. deserticola* harvested in autumn (A) and spring (B)

表 1 秋季和春季采收肉苁蓉样品信息

Table 1 Sample information of *C. deserticola* harvested in autumn and spring

| 编号 | 来源 | 经纬度 | 采收季节 |
|-----|----------|-------------------------|------|
| QS1 | 甘肃民勤 | 39°2'32"N; 103°32'25"E | 秋季 |
| QS2 | 甘肃民勤 | 39°5'13"N; 103°40'19"E | |
| QS3 | 甘肃民勤 | 39°10'35"N; 103°39'17"E | |
| QS4 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°34'53"N; 104°48'3"E | |
| QS5 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°38'32"N; 105°6'12"E | |
| QS6 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°30'19"N; 105°5'59"E | |
| QS7 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°38'4"N; 105°6'3"E | |
| QS8 | 甘肃民勤 | 39°2'33"N; 103°32'22"E | |
| QS9 | 甘肃民勤 | 39°5'45"N; 103°40'3"E | |
| CS1 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°38'31"N; 105°6'10"E | 春季 |
| CS2 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°34'3"N; 104°47'4"E | |
| CS3 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°38'29"N; 105°6'9"E | |
| CS4 | 内蒙古阿拉善左旗 | 39°38'25"N; 105°6'7"E | |
| CS5 | 甘肃民勤 | 39°5'56"N; 103°40'34"E | |
| CS6 | 甘肃民勤 | 39°2'59"N; 103°32'27"E | |

1.2 主要仪器和试剂

NH310+便携式计算机色差仪（深圳三恩施科技）；LC-2023C-Plus 高效液相色谱仪（紫外检测器，日本岛津公司）；KX-500A 型多功能粉碎机（浙江武义鼎藏日用金属制品厂）；XSE 205DU 型电子天平（美国梅特勒-托利多公司）；GY-4 型果实硬度仪（乐清市艾德堡仪器有限公司）；PEN3 型电子鼻（德国 AIRSENSE 公司）。传感器具体信息见表 2。

2 方法与结果

2.1 仿生技术信号采集结果

2.1.1 电子鼻测定 设置电子鼻的入口流速为 300 mL/min，传感器自清洗过程为 60 s，分析和采样时

表 2 电子鼻传感器性能描述

Table 2 Electronic nose sensor performance description

| 序号 | 传感器 | 性能 |
|----|-----|-------------|
| 1 | W1C | 对芳香成分灵敏 |
| 2 | W5S | 对氮氧化物很灵敏 |
| 3 | W3C | 氨水、芳香成分灵敏 |
| 4 | W6S | 对氢化物有选择性 |
| 5 | W5C | 短链烷烃芳香成分 |
| 6 | W1S | 甲烷类灵敏 |
| 7 | W1W | 萜烯类和硫化物灵敏 |
| 8 | W2S | 对醇类、醛酮类灵敏 |
| 9 | W2W | 对芳香成分、有机硫灵敏 |
| 10 | W3S | 对烷烃很灵敏 |

间为 120 s，待仪器运行稳定后，称取 1.0 g（过筛）样品置于 10 mL 顶空进样品瓶中，旋紧瓶盖密封，室温放置 5 min，随后进行气味数据的采集，每个样品做 3 个重复^[9]。

2.1.2 “气”差异数据分析 采用电子鼻对肉苁蓉的气味进行采集，得到 10 个传感器的响应图。在响应图 2-A 中，电导比率（ G/G_0 ）呈现快速增加后降低，随后趋于稳定的状态，这说明电子鼻对肉苁蓉气味识别较为灵敏和稳定，可利用电子鼻对肉苁蓉气味进行测定。对不同季节样品的 10 种气味传感器数值进行分析，结果显示电子鼻传感器 W5S、W1W、W2W、W1S 数值较大，肉苁蓉气味主要与萜烯类、芳香成分和有机硫化物类、氮氧化物、甲烷类有关。不同季节采收的肉苁蓉样品在电子鼻传感器 W1W、W5S 数值上有较大差异，不同季节采收肉苁蓉气味差异主要与氮氧化物和萜烯类成分有关，秋季肉苁蓉药材与气味有关氮氧化物含量更高，春季肉苁蓉与气味有关的萜烯类成分含量更高（图 2-B）。

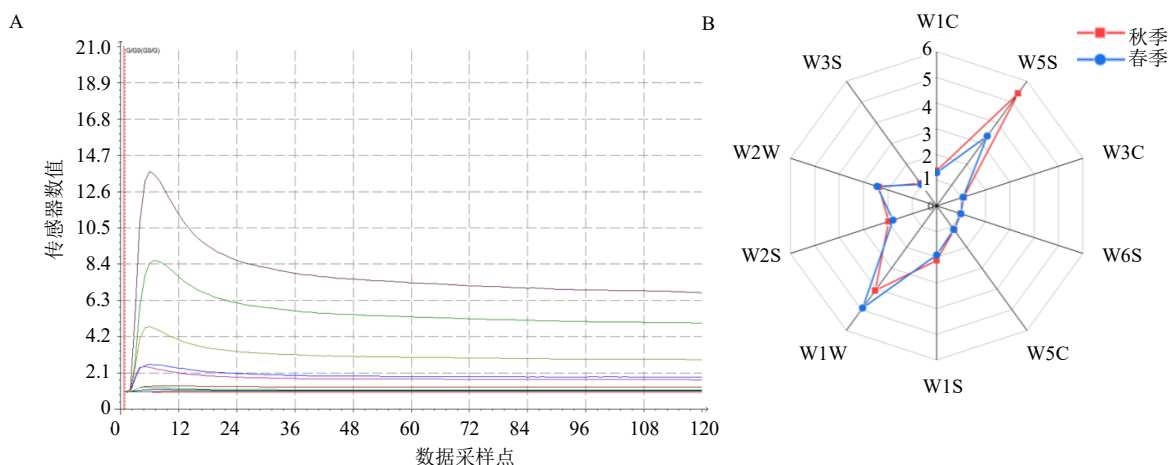


图 2 肉苁蓉电子鼻响应强度曲线 (A) 和气味雷达图 (B)

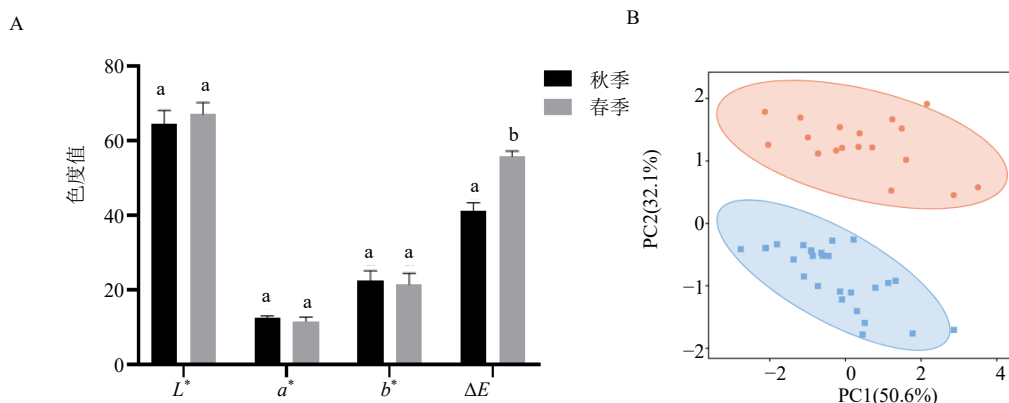
Fig. 2 Response intensity curve of *C. deserticola* electronic nose (A) and odor radar map (B)

2.1.3 色差仪测定方法 实验采用 NH310⁺便携式色差仪,测定光源为 D65,视角设置为 10°,测量口径为 5 mm^[10]。开机稳定 5 min 后,使用白板进行校正,初始值记为 L_0 、 a_0 、 b_0 。测量结果以色度值 L^* 、 a^* 、 b^* 表示,其中 L^* 为明度值, L^* 越大越明亮; a^* 为红绿色值, a^* 越大越红, a^* 值小则偏绿; b^* 为黄蓝色值, b^* 越大越黄, b^* 值小则偏蓝。取过四号筛的肉苁蓉粉末 2.0 g,平铺测定,平行测定 3 次,取平均值。根据公式计算总色度值 (ΔE),运用基迪奥云工具构建 PCA 图。

$$\Delta E = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$$

$$\Delta L^* = L^* - L_0, \Delta a^* = a^* - a_0, \Delta b^* = b^* - b_0$$

2.1.4 “色”差异数据分析 基于电子眼信号绘制不同季节采收肉苁蓉的柱状图,如图 3-A 所示。可以看出,不同季节采收肉苁蓉之间的 L^* 、 a^* 和 b^* 没有显著性差异,但春季采收肉苁蓉的 L^* 和 b^* 高于秋季,将不同季节采收肉苁蓉样品色度值进行主成分分析,结果见图 3-B,其中第 1 主成分与第 2 主成分的总贡献率达 82.7%,不同季节采收肉苁蓉样品区域没有相交,表明基于色度值的秋季和春季采收肉苁蓉之间差异明显。PCA 分析显示,色差仪可以实现不同季节肉苁蓉区分,二者在颜色上有较大差别,春季采收肉苁蓉的明亮度和黄色高于秋季采收肉苁蓉,秋季采收肉苁蓉颜色更深。



不同标记字母的数据表示它们之间存在显著差异, $P < 0.05$; PCA 图中蓝色代表秋季采收肉苁蓉,红色代表春季采收肉苁蓉。
Data labeled with different letters indicate significant differences between them at $P < 0.05$; In the PCA, blue represents *C. deserticola* collected in autumn, while red represents *C. deserticola* collected in spring.

图 3 不同季节肉苁蓉颜色柱状图 (A) 和 PCA 评分图 (B)

Fig. 3 Color histogram (A) and PCA score map (B) of *C. deserticola* in different seasons

2.1.5 硬度测定方法 采用 GY-4 型数显式硬度仪对切片的硬度进行测定,每份样品平行 3 次,取平均值。试验之前,取出不同季节肉苁蓉,然后硬度计测试样品厚切片上、下方向,取 3 次结果的平均值作为最终结果,根据公式计算肉苁蓉硬度值 ($N = F/S$, F 为施加最大压力; S 为压头的面积)。

2.1.6 “质地”差异数据分析 基于硬度仪测定不同季节采收肉苁蓉的 N 值,以此体现肉苁蓉质地软硬,结果发现,秋季采收肉苁蓉 N 值为 37.87,春季 N 值为 75.80,后者约是前者的 2 倍,秋季采收肉苁蓉 N 值显著低于春季,秋季采收肉苁蓉质地更为柔软。

2.2 指纹图谱的建立

2.2.1 供试品溶液的制备 精密称取过 4 号筛的肉苁蓉粉末 1 g,置量瓶中,加入 50 mL 体积分数 50%

甲醇溶液定容并称定质量,静置 30 min。超声处理 30 min (功率 300 W、频率 40 kHz)。将溶液放冷至室温并再称定质量,用 50%甲醇补足缺失质量,摇匀后滤过。取上清液用 0.22 μm 的微孔滤膜再滤过,作为供试品溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷、2'-乙酰基毛蕊花糖苷、京尼平苷酸、8-表马钱子酸和马钱苷酸对照品,加 1 mL 甲醇配制为浓溶液,分别配制为 0.272、0.075、0.23、0.04、0.024、0.061 5、0.019 mg/mL 混合对照品溶液,0.22 μm 滤膜滤过后备用。

2.2.3 色谱条件 Agilent ZORBAX ELipse XDB-C₁₈ 色谱柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为 0.1%甲酸水溶液 (A)-乙腈 (B),梯度洗脱 (0~15 min, 5%~9% B; 15~20 min, 9%~19% B; 20~25 min, 19%~22% B; 25~30 min, 22%~25% B;

30~35 min, 25%~3% B; 35~40 min, 30%~5% B; 40~45 min, 5% B)。体积流量 0.8 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 237 nm。

2.2.4 精密度试验 精密吸取肉苁蓉样品供试品溶液, 连续进样 6 次, 每次 10 μL。计算得各共有峰的保留时间的 RSD<1.02%, 各共有峰峰面积 RSD<0.74%, 表明仪器精密度良好。

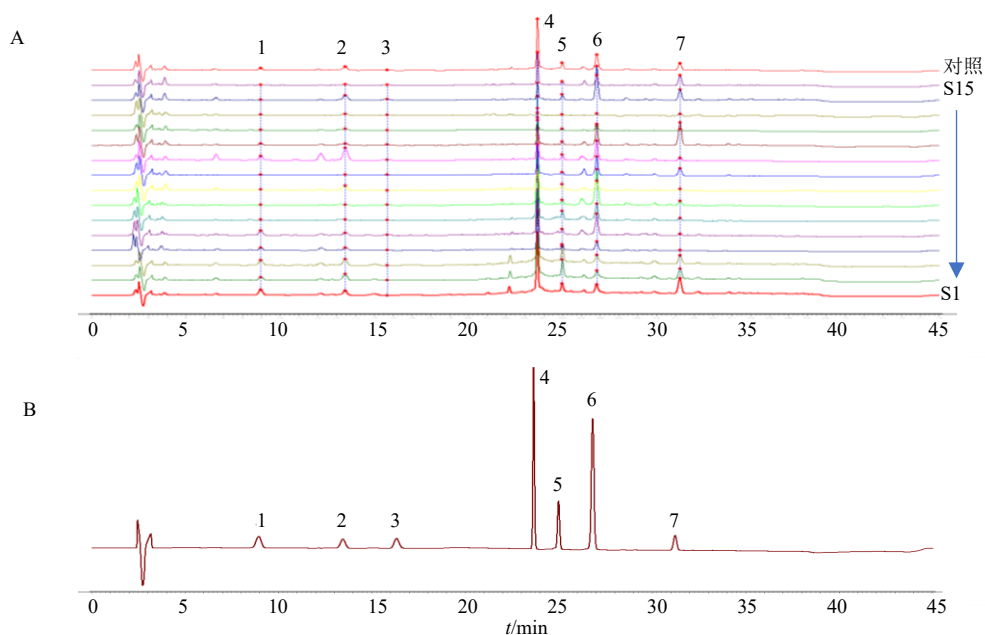
2.2.5 重复性试验 取肉苁蓉样品粉末 6 份, 每份 1 g, 制备供试品溶液, 色谱条件下测定。计算得各共有峰的保留时间的 RSD<1.16%, 各共有峰峰面积 RSD<1.20%, 表明本方法重复性良好。

2.2.6 稳定性试验 分别于 0、2、4、8、12、24 h 吸取肉苁蓉供试品溶液进样, 色谱条件下测定。计算所得各共有峰的保留时间的 RSD<0.90%, 各共

有峰峰面积的 RSD<0.75%, 表明供试品在 24 h 内稳定。

2.2.7 指纹图谱的建立和相似度评价 将 15 批肉苁蓉样品的色谱数据导入“中药色谱指纹相似度评价系统”, 建立 HPLC 指纹图谱。随机抽取一批样品 (S1) 作为参考色谱 (R), 时间窗设置为 0.1 min。将混合对照品溶液的色谱图与指纹图谱比较, 依次鉴定出京尼平苷酸、8-表马钱子酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷 7 个色谱峰见图 4。

对测得肉苁蓉指纹图谱进行了相似度评价, 结果如表 3 所示。结果表明, 春季 6 批肉苁蓉的相似度均在 0.95 以上, 秋季 9 批肉苁蓉相似度也均在 0.9 之上, 两季节采收的肉苁蓉质量均较为稳定。



1-京尼平苷酸; 2-8-表马钱子酸; 3-马钱苷酸; 4-松果菊苷; 5-肉苁蓉苷 A; 6-毛蕊花糖苷; 7-2'-乙酰基毛蕊花糖苷。
1-geniposide acid; 2-8-epiloganic acid; 3-loganic acid; 4-echinacoside; 5-cistanoside A; 6-verbascoside; 7-2'-acetylverbascoside.

图 4 15 批肉苁蓉的 HPLC 指纹图谱 (A) 和混合对照品溶液 (B) 的 HPLC 色谱图

Fig. 4 HPLC fingerprints of 15 batches of *C. deserticola* (A) and HPLC fingerprint of mixed reference solution (B)

表 3 相似度评价结果

Table 3 Results of similarity evaluation

| 样本 | 相似度 | 样本 | 相似度 |
|-----|-------|-----|-------|
| QS1 | 0.983 | QS9 | 0.939 |
| QS2 | 0.986 | CS1 | 0.934 |
| QS3 | 0.99 | CS2 | 0.916 |
| QS4 | 0.993 | CS3 | 0.985 |
| QS5 | 0.992 | CS4 | 0.942 |
| QS6 | 0.981 | CS5 | 0.924 |
| QS7 | 0.933 | CS6 | 0.927 |
| QS8 | 0.979 | | |

2.3 活性成分的测定

2.3.1 色谱条件 同“2.2.3”项下色谱条件。

2.3.2 线性关系考察 分别进样不同体积松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷、2'-乙酰基毛蕊花糖苷、京尼平苷酸、8-表马钱子酸和马钱苷酸混合对照品溶液。质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y), 绘制标准曲线, 线性方程见表 4。

2.3.3 精密度试验 精密吸取肉苁蓉样品供试品

表4 线性关系考察结果

Table 4 Results of linear relationship investigation

| 成分 | 回归方程 | r |
|-------------|---------------------------------------|-------|
| 京尼平苷酸 | $Y=2.339\ 74 \times 10^7 X+6\ 414.65$ | 0.999 |
| 8-表马钱子酸 | $Y=7.397\ 31 \times 10^6 X+8\ 939.24$ | 0.999 |
| 马钱苷酸 | $Y=2.686\ 36 \times 10^7 X-11\ 676.5$ | 0.999 |
| 松果菊苷 | $Y=1.026\ 38 \times 10^7 X-17\ 145.4$ | 0.999 |
| 肉苁蓉苷 A | $Y=1.385\ 00 \times 10^7 X+47\ 982.3$ | 0.999 |
| 毛蕊花糖苷 | $Y=1.446\ 08 \times 10^7 X+33\ 030.8$ | 0.999 |
| 2'-乙酰基毛蕊花糖苷 | $Y=1.217\ 71 \times 10^7 X+3\ 051.9$ | 0.999 |

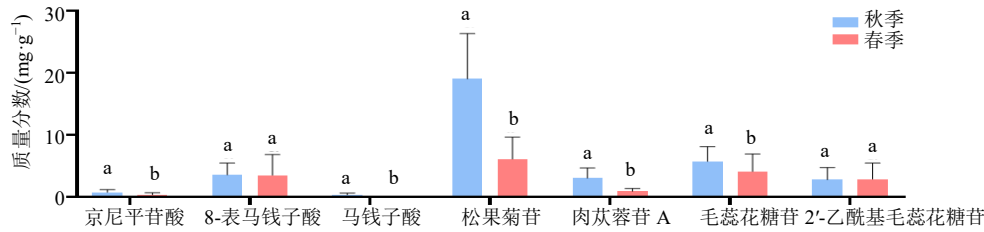
溶液，连续进样6次，每次10 μL。计算得各成分峰面积RSD值均小于1%，表明仪器精密度良好。

2.3.4 重复性试验 取肉苁蓉样品粉末6份，每份1 g，制备供试品溶液，色谱条件下测定。计算得各成分质量分数RSD值，其中京尼平苷酸为0.26%、8-表马钱子酸为0.81%、马钱苷酸为0.69%、松果菊苷为1.10%、肉苁蓉苷 A 为1.20%、毛蕊花糖苷为

0.13%和2'-乙酰基毛蕊花糖苷为0.2%，均小于2%，说明方法重复性较好。

2.3.5 稳定性试验 分别于0、2、4、8、12、24 h 吸取肉苁蓉供试品溶液进样，色谱条件下测定。计算得各成分峰面积RSD值，其中京尼平苷酸为0.41%、8-表马钱子酸为0.35%、马钱苷酸为0.45%、松果菊苷为0.30%、肉苁蓉苷 A 为0.75%、毛蕊花糖苷为0.09%和2'-乙酰基毛蕊花糖苷为0.06%，均小于1%，表明供试品溶液在24 h 内的稳定性好。

2.3.6 活性成分测定 精密吸取供试品溶液10 μL，注入高效液相色谱仪，色谱图见图5。计算质量分数，比较秋季和春季采收肉苁蓉主要活性成分质量分数发现，秋季采收肉苁蓉的京尼平苷酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 和毛蕊花糖苷质量分数均显著高于春季采收肉苁蓉，分别是春季采收肉苁蓉的2.1、4.1、3.1、3.4和1.4倍，8-表马钱子酸和2'-乙酰基毛蕊花糖苷无显著差异，见表5。



不同标记字母的数据表示它们之间存在显著差异， $P < 0.05$ 。

Data labeled with different letters indicate significant differences between them at $P < 0.05$.

图5 不同季节采收肉苁蓉主要活性成分含量

Fig. 5 Content of main active components of *C. deserticola* harvested in different seasons

表5 主要活性成分质量分数 ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

Table 5 Mass fraction of main active components of *C. deserticola* ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

| 编号 | 质量分数/(mg·g ⁻¹) | | | | | | |
|-----|----------------------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-------------|
| | 京尼平苷酸 | 8-表马钱子酸 | 马钱苷酸 | 松果菊苷 | 肉苁蓉苷 A | 毛蕊花糖苷 | 2'-乙酰基毛蕊花糖苷 |
| QS1 | 1.28±0.13 | 4.48±0.60 | 0.09±0.07 | 20.64±0.61 | 4.15±0.06 | 5.44±0.20 | 6.76±0.44 |
| QS2 | 0.86±0.13 | 6.03±0.39 | 0.08±0.02 | 25.51±0.77 | 5.45±0.19 | 4.97±0.09 | 4.43±0.10 |
| QS3 | 1.24±0.06 | 5.86±0.23 | 0.08±0.04 | 27.09±2.61 | 5.71±0.04 | 5.91±0.21 | 4.38±0.18 |
| QS4 | 0.80±0.07 | 3.69±0.74 | 0.61±0.26 | 9.61±0.22 | 1.93±0.08 | 3.25±0.16 | 0.74±0.06 |
| QS5 | 1.19±0.05 | 2.99±0.14 | 0.49±0.03 | 19.34±0.76 | 2.32±0.06 | 6.98±0.44 | 1.40±0.09 |
| QS6 | 0.54±0.02 | 2.09±0.76 | 0.80±0.16 | 29.48±1.68 | 3.11±0.27 | 6.13±0.38 | 1.64±0.15 |
| QS7 | 0.16±0.05 | 0.81±0.04 | 0.50±0.03 | 16.70±0.26 | 1.93±0.06 | 11.20±0.14 | 2.48±0.03 |
| QS8 | 0.31±0.02 | 4.83±0.54 | 0.10±0.05 | 14.80±1.24 | 1.64±0.11 | 2.83±0.26 | 0.54±0.14 |
| QS9 | 0.15±0.07 | 1.04±0.26 | 0.29±0.10 | 7.87±0.19 | 0.87±0.06 | 4.73±0.31 | 2.53±0.14 |
| CS1 | 1.00±0.11 | 10.26±0.68 | 0.14±0.09 | 12.02±0.51 | 1.49±0.20 | 5.66±0.54 | 1.08±0.18 |
| CS2 | 0.34±0.04 | 1.18±0.08 | 0.06±0.01 | 6.74±0.09 | 0.91±0.06 | 4.99±0.13 | 7.87±0.21 |
| CS3 | 0.16±0.04 | 1.60±0.35 | 0.09±0.06 | 3.03±0.19 | 0.42±0.15 | 1.95±0.26 | 0.71±0.12 |
| CS4 | 0.24±0.11 | 2.32±0.96 | 0.11±0.08 | 1.69±0.33 | 0.37±0.34 | 0.67±0.20 | 0.83±0.28 |
| CS5 | 0.09±0.02 | 4.33±0.05 | 0.05±0.01 | 4.67±0.14 | 1.31±0.04 | 8.78±0.82 | 3.50±0.08 |
| CS6 | 0.24±0.09 | 1.19±0.06 | 0.03±0.01 | 8.36±0.40 | 0.84±0.04 | 2.49±0.04 | 3.17±0.07 |

2.4 多糖含量分析

2.4.1 对照品溶液的制备 精密称取无水葡萄糖适量溶解，配制成质量浓度为 0.2 mg/mL 的葡萄糖对照品溶液

2.4.2 供试品溶液的制备 精密称取 0.05 g 肉苁蓉粉末（过 4 号筛）于 1.5 mL 离心管中，加入 1 mL 水，充分混匀。100 °C 水浴提取 2 h，冷却，以 10 000×g，10 min 离心，取上清液。将 0.8 mL 无水乙醇缓慢加入 0.2 mL 上清中，混匀。4 °C 静置过夜，以 10 000×g，10 min 离心，弃上清液，沉淀中加入 1 mL 水，充分混匀溶解沉淀^[11]。

2.4.3 线性回归方程的绘制 取对照品溶液，依次稀释成质量浓度为 0.1、0.05、0.025、0.012 5 mg/mL 系列溶液，充分混匀后取 200 μL，精密加入 100 μL 5% 苯酚溶液，500 μL 浓硫酸，水浴加热 20 min，取出，流水冷却，于 490 nm 处测定吸光度 (*A*)，得到回归方程 $Y=0.106\ 3 X-0.015\ 8$ ，表明样品浓度在 0.012 5~0.200 0 mg/mL 呈现良好的线性关系。

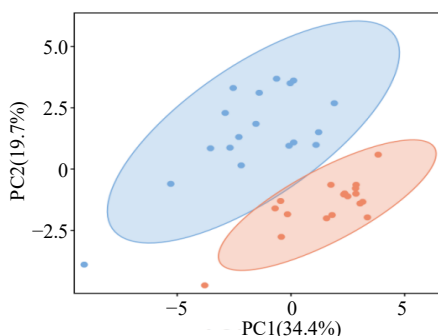
2.4.4 多糖的测定 测定供试品溶液 *A* 值，代入标准曲线得到样品质量浓度。计算多糖含量。

2.4.5 多糖差异分析 利用苯酚-硫酸法测得不同季节采收肉苁蓉中多糖含量，结果表明春季采收肉苁蓉中多糖质量分数为 1.36 mg/g，略高于秋季，但二者无显著性差异。

2.5 仿生技术与指标成分的综合评价

2.5.1 综合评价方法 利用 Origin 2022 软件进行皮尔逊相关性分析，建立性状与化学成分之间的关系。利用 SMICA 软件进行正交-偏最小二乘法判别分析，采用变量投影重要性方法分析不同化学成分和性状特征对肉苁蓉品质的重要程度。

2.5.2 PCA 分析 肉苁蓉品质涉及多个指标，且各成分指标之间存在较为复杂的相关性，仅以化学成分或性状作为指标不足以体现其品质优劣，主成分分析能够消除评估指标之间的相关影响。以此，将性状指标和化学成分指标综合分析，运用基迪奥云工具构建 PCA 图，不同季节采收肉苁蓉样品分聚两类，说明采收季节对肉苁蓉的品质均有较大的影响（图 6）。通过 origin 软件对数据进行 PCA 分析，PC1 和 PC2 的贡献率分别为 34.4% 和 19.6%，PC3、PC4、PC5、PC6 的贡献率为 11.0%、10.0%、8.8%、4.5%，累积贡献率大于 85%，表明 6 个主成分可以呈现肉苁蓉品质指标的特征信息（表 6）。京尼平苷酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花



图中蓝色代表秋季采收肉苁蓉，红色代表春季采收肉苁蓉。
In the PCA diagram, blue represents *C. deserticola* collected in autumn, while red represents *C. deserticola* collected in spring.

图 6 不同季节肉苁蓉综合指标 PCA 图
Fig. 6 PCA diagram of comprehensive indicators for *C. deserticola* harvested in different seasons

表 6 主成分累积贡献率

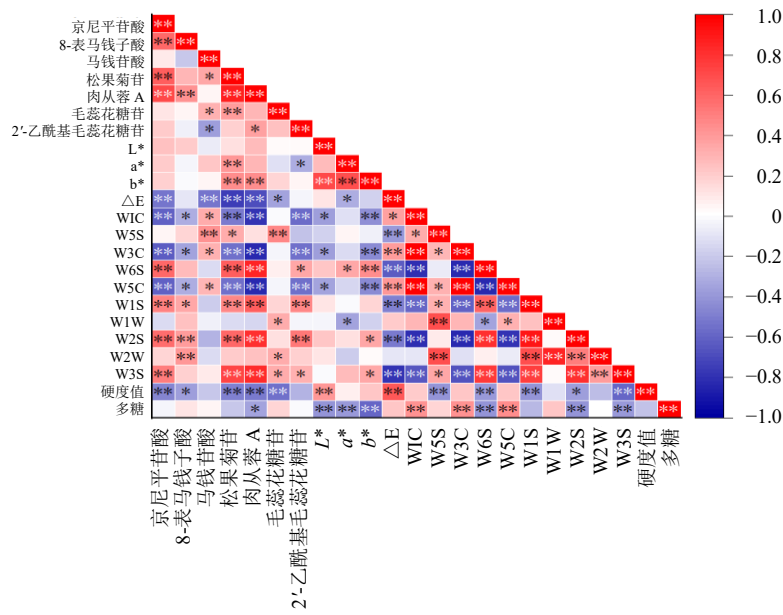
Table 6 Principal component contribution diagram

| 主成分 | 特征值 | 方差百分比/% | 累积贡献率/% |
|-----|----------|-----------|-----------|
| 1 | 7.901 68 | 34.355 15 | 34.355 15 |
| 2 | 4.488 00 | 19.513 05 | 53.868 20 |
| 3 | 2.529 58 | 10.998 18 | 64.866 38 |
| 4 | 2.304 47 | 10.019 45 | 74.885 83 |
| 5 | 2.033 08 | 8.839 47 | 83.725 30 |
| 6 | 1.025 08 | 4.456 88 | 88.182 18 |

糖苷、 a^* 、 b^* 以及气味相关指标对秋季采收肉苁蓉品质有显著影响，而 L^* 、N 值、 ΔE 、2'-乙酰基毛蕊花糖苷对春季采收肉苁蓉品质有显著影响。

2.5.3 皮尔逊相关性分析 由图 7 可知，肉苁蓉京尼平苷酸和 8-表马钱子酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 均呈现显著正相关；马钱苷酸与松果菊苷、毛蕊花糖苷呈显著正相关，与 2'-乙酰基毛蕊花糖苷呈显著负相关；松果菊苷与肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷呈显著正相关；肉苁蓉苷 A 与毛蕊花糖苷呈显著正相关；多糖与肉苁蓉苷 A 显著负相关。

性状相关指标 L^* 与多糖含量呈显著负相关； a^* 与松果菊苷显著正相关，与 2'-乙酰基毛蕊花糖苷、多糖呈显著负相关； b^* 与松果菊苷、肉苁蓉苷 A 呈显著正相关，与多糖显著负相关； ΔE 与京尼平苷酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷均呈现显著负相关；W1C、W3S、W5C 与京尼平苷酸、8-表马钱子酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 及 2'-乙酰基毛蕊花糖苷呈现显著负相关，与多糖显著正相关；W6S、W1S、W2S 与京尼平苷酸、8-表马钱子酸、



红色代表正相关，蓝色代表负相关，颜色越深相关性越强；* $P < 0.05$ ** $P < 0.01$ 。

Red represents a positive correlation, blue represents a negative correlation, and the darker the color, the stronger the correlation; * $P < 0.05$ ** $P < 0.01$ 。

图7 肉苁蓉指标与化学成分指标相关性热图

Fig. 7 Heatmap of correlation between *C. deserticola* indicators and chemical composition indicators

松果菊苷、肉苁蓉苷 A 呈显著正相关，与多糖显著负相关；W1W、W2W 与毛蕊花糖苷显著正相关；硬度值与京尼平苷酸、8-表马钱子酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 及毛蕊花糖苷均呈现显著负相关。

2.5.4 正交偏最小二乘法-判别分析 (orthogonal partial least squares-discriminant analysis, OPLS-DA)
OPLS-DA 法是一种主要用于高维数据分类和判别分析的统计方法，可用于分类和判别分析。本实验以 23 个指标内容为自变量 (X)，以伪矩阵编码样本类为因变量 (Y)，计算 OPLS-DA 模型 (图 8)。在 OPLS-DA 模型中，样本很好的分为 2 类， R^2X 为 0.843， R^2Y 值为 0.99， Q^2 为 0.984， R^2Y 和 Q^2 都比较接近 1，说明该模型效果较好。由 Loading 图可知，春季采收肉苁蓉离 L^* 、 b^* 、W1W、W2W、多糖和 2'-乙酰基毛蕊花糖苷较近，W5S、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 和毛蕊花糖苷这些成分距离秋季采收肉苁蓉较近，可能是影响秋季采收肉苁蓉品质的主要因素。由 VIP 图可知，特征值大于 1 的有 3 个，其中最高特征值是硬度值为 3.20，第 2 的特征值是 ΔE 为 2.48，第 3 的特征值是松果菊苷为 1.78，这 3 个指标可作为区分不同季节采收肉苁蓉品质的指标。将模型进行置换检验 ($n=200$)，发现置换检验的 Q^2 值均低于模型原始值，且 Q^2 回归线

在 Y 轴的截距为负值，表明模型未过拟合现象。

3 讨论

谢宗万提出“辨状论质”理论^[12]，认为性状是中药品质评价的重要指标之一，通过观察外观性状，如形状、颜色、味道、大小、质地等，可以判断药材的内在品质。同时，黄璐琦等认为优质中药材的代表“道地药材”表现为“优形”和“优质”，并体现在药材使用上的“优效”^[13]。从“辨状论质”到“优形、优质”理论的提出，均体现出药材性状对于其品质的影响。中药传统性状鉴别主要依据眼看、口尝、鼻闻和手摸等传统经验判断评价，存在主观性较强且难以量化等缺点，采用现代相关检测设备将中药外观性状特征以数字化的形式表示出来，有助于更加客观准确地评价中药外观性状特征^[14-15]。因此，本研究通过外观性状分析不同季节采收肉苁蓉，结果发现，秋季肉苁蓉色度值 L^* 和 b^* ，质地相关指标均低于春季采收肉苁蓉，即秋季采收肉苁蓉颜色更深，质地更佳柔软，春季采收肉苁蓉颜色明亮偏黄，质地较为坚硬。传统肉苁蓉以质柔润、肉厚紧实、肥大者为佳^[2]，以“油亮、体质量、肥厚、质柔润、味甘”为优质肉苁蓉的性状特征，秋季肉苁蓉表现出的性状较为符合优质性状。同时，对不同季节采收肉苁蓉主要活性成分进行测定，结果发现，秋季采

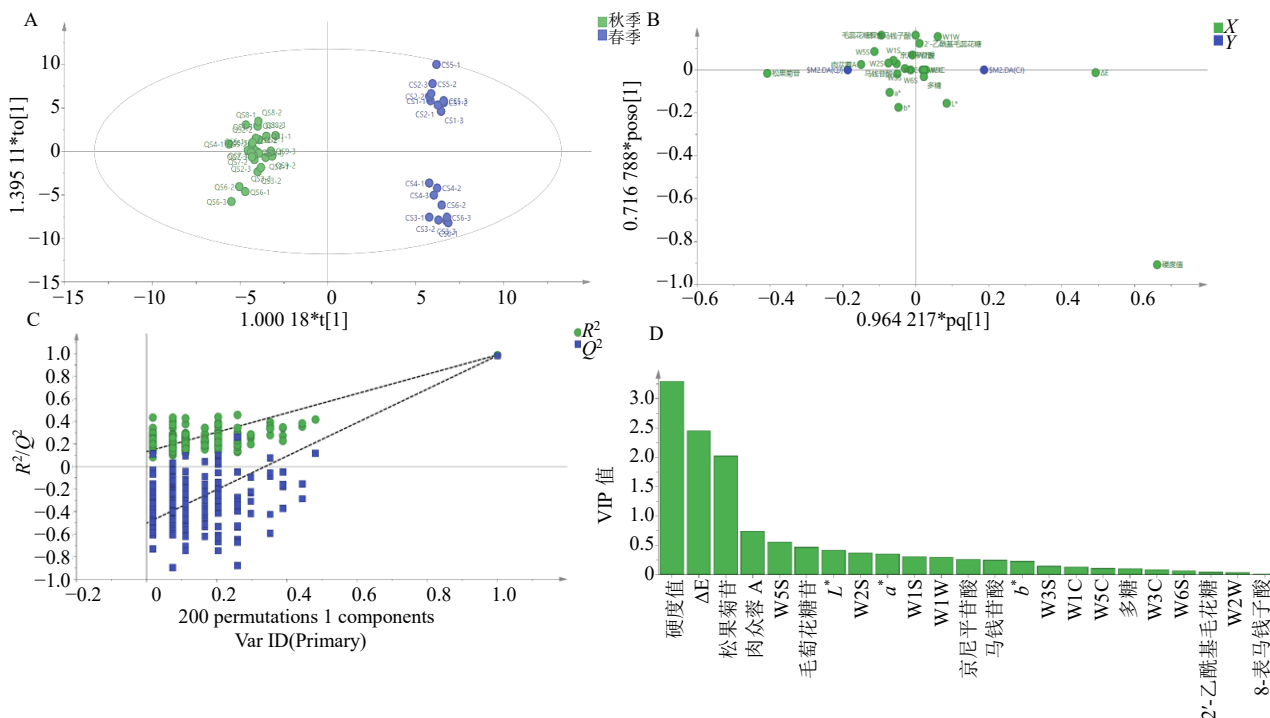


图 8 OPLS-DA 散点图 (A)、OPLS-DA 分析 Loading 图 (B)、200 次置换检验图 (C) 和 VIP 图 (D)
 Fig. 8 OPLS-DA scatter plot (A), OPLS-DA loading plot (B), 200 substitution tests plot (C), and VIP plot (D)

收肉苁蓉的京尼平苷酸、马钱苷酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A 和毛蕊花糖苷含量均显著高于春季。随后，将测得肉苁蓉传统性状指标和其主要活性成分含量进行相关性分析，结果发现硬度值与 L^* 呈现显著正相关，即颜色越深的样品，其质地越柔软， L^* 与多糖含量呈显著负相关，即样品颜色越深，其多糖含量越高。硬度值与京尼平苷酸、8-表马钱子酸、松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷含量相关，这表明质地柔软的肉苁蓉，其主要活性成分含量越高，这也进一步证实了“优形—优质”特征。此外，本研究发现肉苁蓉多糖与肉苁蓉苷 A 含量呈显著负相关，多糖含有较强的亲水性的羟基和其他极性基团^[8]，使肉苁蓉干燥时间变长，以致有效成分苯乙醇苷类物质在体内被相应的酶水解，从而降低其含量^[16]。因此，肉苁蓉多糖与肉苁蓉苷 A 含量呈显著负相关可能由于是多糖含量影响干燥时间，间接导致肉苁蓉苷 A 含量变化。

本研究对不同季节采收肉苁蓉药材进行气味分析，发现不同季节采收肉苁蓉药材在气味上具有差异，可以被有效区分。在 W1W、W2W、W5S 和 W1S 传感器响应值较高，肉苁蓉中含有较多的萜烯类、芳香成分和有机硫化物类、氮氧化合物、甲烷类，其中萜烯类和氮氧化合物也是造成不同季节采

收肉苁蓉气味产生差异的重要因素。肉苁蓉中挥发油主成分为丁香酚，占 83.60%^[17-18]，其为芳香族化合物，不同季节采收肉苁蓉对电子鼻 W2W 传感器均有较高响应值，可能与该成分有关。甲烷类化合物包括卤代甲烷、醇类、酸类、酯类、醚类等^[19]，早期研究对肉苁蓉中挥发性成分进行测得，发现主要为醛类、酮类、呋喃类、醇类、内酯类和酯类^[20]。由此推断肉苁蓉 W1S 传感器响应值较高，可能是其挥发性成分醇类和酯类有关。

不同采收季节的环境因素如温度、湿度、光照强度等均会发生不同程度的变化，这些因素导致肉苁蓉主要活性成分发生改变。早期研究表明，为了抵挡太阳辐射，植物酚类化合物夏季积累的水平更高，从而导致秋季酚类物质含量增加^[21]。而干旱会促进管花肉苁蓉中松果菊苷和毛蕊花糖苷的积累^[22]。秋季采收肉苁蓉松果菊苷、肉苁蓉苷 A、毛蕊花糖苷含量均显著高于春季，是由于经过夏季强光照射，干旱的积累导致。龙胆中环烯醚萜类成分马钱苷酸含量的积累受气候因子影响^[23-24]，影响环烯醚萜类活性成分积累的主导生态因子是降水量、高温等。有研究发现适度的干旱也有利于植物中萜类化合物积累^[25]。秋季采收肉苁蓉的环烯醚萜类成分京尼平苷酸、马钱苷酸含量均显著高于春季肉苁

蓉, 推测与温度, 光照以及降水量有关。此外, 光照时间对白芨块茎多糖积累具有显著的影响, 光照时间达到 10~11 h 多糖积累最高^[26]。甘肃和内蒙古左旗春秋日照时间均有所不同, 春季日照时间长于秋季^[27-28], 秋季采收肉苁蓉多糖含量低于春季, 但二者差异不显著, 推测其与光照时长有关。

综上所述, 不同季节采收肉苁蓉性状和活性成分含量方面均存在较大差异, 但现有研究仅止步于二者比较研究。肉苁蓉产地加工一般为干燥, 肉苁蓉从鲜到干是一个动态的过程, 干燥使得肉苁蓉的细胞结构、组成、颜色、代谢过程等都在发生变化。不同季节采收肉苁蓉干燥过程中环境有所不同, 包括干燥的温度, 空气的湿度等, 这些因素的干扰也可能是影响肉苁蓉品质发生变化的原因。后续将研究肉苁蓉药材干燥动力学特征, 进一步评价干燥过程中有效成分及性状的动态变化, 并增加不同季节采收肉苁蓉从新鲜到干燥全过程的环境因素包括温度, 湿度等的测定, 以此解释影响肉苁蓉干燥过程变化的原因, 为肉苁蓉生产和采收后加工提供更加完善的控制标准。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2020: 140-142.
- [2] 张菁, 朱田田, 晋玲, 等. 肉苁蓉高品质形成的研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2023, 29(18): 259-266.
- [3] Zhou S Q, Feng D, Zhou Y X, et al. Analysis of the active ingredients and health applications of *Cistanche* [J]. *Front Nutr*, 2023, 10: 1101182.
- [4] Cheng N, Wang H, Hao H, et al. Research progress on polysaccharide components of *Cistanche deserticola* as potential pharmaceutical agents [J]. *Eur J Med Chem*, 2023, 245(pt 1): 114892.
- [5] Nan Z D, Zhao M B, Zeng K W, et al. Anti-inflammatory iridoids from the stems of *Cistanche deserticola* cultured in Tarim Desert [J]. *Chin J Nat Med*, 2016, 14(1): 61-65.
- [6] 庞金虎, 盛晋华, 张雄杰. 生长年限和采收季节对肉苁蓉中有效成分的影响 [J]. 中国民族医药杂志, 2013, 19(1): 33-34.
- [7] 钱浩, 喻芳君, 耿宗成, 等. 不同季节采收的肉苁蓉中 4 种苯乙醇苷的含量比较研究 [J]. 药物分析杂志, 2016, 36(11): 1971-1976.
- [8] 王雪媛, 肖波, 张治峰, 等. 不同采收期肉苁蓉中松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱及可溶性多糖量的测定及其道地性研究 [J]. 中草药, 2017, 48(18): 3841-3846.
- [9] 任延娜, 冯文豪, 李涵, 等. 基于人工智能感官与多源信息融合技术的五味药性二分类辨识方法探讨 [J]. 中草药, 2023, 54(10): 3080-3092.
- [10] Chen Y Y, Zhang J L, Liu J J, et al. Comparative study on

morphological features and chemical components of wild and cultivated *Angelica sinensis* based on bionic technologies and chemometrics [J]. *ACS Omega*, 2024, 9(40): 41408-41418.

- [11] Zhu T T, Zhang J, Liu T L, et al. Transcriptomic and metabolomic analyses reveal the mechanism of color difference between two kinds of *Cistanche deserticola* before and after drying [J]. *Front Plant Sci*, 2025, 15: 1506523.
- [12] 谢宗万. 中药品种传统经验鉴别“辨状论质”论 [J]. 时珍国药研究, 1994, 5(3): 19-21.
- [13] 袁媛, 黄璐琦. 道地药材分子生物学研究进展和发展趋势 [J]. 科学通报, 2020, 65(12): 1093-1102.
- [14] 刘天睿, 金艳, 孟虎彪, 等. 论中药“辨状论质”之辨色泽与品质评价的生物学内涵研究 [J]. 中国中药杂志, 2020, 45(19): 4545-4554.
- [15] 王皓南, 田滢琦, 刘大会, 等. 中药“辨状论质”的历史、发展与应用 [J]. 中药材, 2021, 44(3): 513-519.
- [16] 杨建华, 胡君萍, 热娜·卡斯木, 等. 不同加工方法对肉苁蓉饮片苯乙醇苷类成分的影响 [J]. 中药材, 2010, 33(5): 691-693.
- [17] 回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯, 等. 肉苁蓉挥发性化学成分分析 [J]. 分析化学, 2003, 31(5): 601-603.
- [18] 彭旭阳, 陈君然, 崔瀚元, 等. 基于 GC-IMS 分析新疆不同寄主肉苁蓉挥发性物质 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(9): 272-279.
- [19] 李中贤, 王俊伟, 赵俊宏, 等. 三芳基甲烷类化合物合成方法的研究进展 [J]. 有机化学, 2014, 34(3): 485-494.
- [20] Zhou S Q, Feng D, Zhou Y X, et al. Characteristic volatile organic compound analysis of different cistanches based on HS-GC-IMS [J]. *Molecules*, 2022, 27(20): 6789.
- [21] Losada-Echeberria M, Naranjo G, Malouche D, et al. Influence of drying temperature and harvesting season on phenolic content and antioxidant and antiproliferative activities of olive (*Olea europaea*) leaf extracts [J]. *Int J Mol Sci*, 2022, 24(1): 54.
- [22] 闫雅如, 杨洪芸, 齐博文, 等. 干旱胁迫对管花肉苁蓉组织培养体系中苯乙醇苷类成分含量的影响 [J]. 中草药, 2019, 50(10): 2452-2460.
- [23] 任雪. 龙胆道地性形成生境机制研究 [D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2021.
- [24] 任雪, 尹海波, 邓聪, 等. 龙胆质量与生态因子的相关性研究 [J]. 中药材, 2020, 43(8): 1842-1847.
- [25] 张淑苹, 褚洪月, 李润竹, 等. 环烯醚萜类化合物生物合成及其代谢调控 [J/OL]. 分子植物育种, 2024: 1-11. (2024-01-15). <https://kns.cnki.net/kcms/detail/46.1068.S.20240112.1431.008.html>.
- [26] 杨燕萍, 周庄, 付双彬, 等. 3 种光照条件白芨块茎和叶片多糖的积累 [J]. 浙江农业科学, 2020, 61(10): 1999-2000.
- [27] 史建桥, 白淑英, 周寅, 等. 近 50 年甘肃日照时数时空变化特征及突变分析 [J]. 南京信息工程大学学报: 自然科学版, 2016, 8(1): 64-70.
- [28] 杨丽桃, 江像评. 内蒙古近 50 年生长季日照时数变化特征 [J]. 气象科技, 2012, 40(5): 854-857.

[责任编辑 时圣明]