

湖北虎杖主要化学成分的含量分析及其与色差的相关性研究

余瑶瑶, 刘自华, 张 颖, 刘义梅, 陈运中*

(湖北中医药大学&湖北省中药保健食品工程技术研究中心, 武汉 430065)

摘 要: 目的 分析湖北虎杖中主要成分的含量与粉末色差值, 评价不同来源和产地药材质量, 并探讨成分含量与颜色之间的相关性。**方法** 采用高效液相色谱法测定 58 批药材中虎杖苷、白藜芦醇和大黄素含量, 利用色差仪测定粉末色差值, 分析主要成分与色差的相关性。**结果** 野生品与栽培品的大黄素含量差异有统计学意义($P<0.01$); 总白藜芦醇的质量分数均达到了 1.0%; 虎杖苷的含量均达到了药典标准; 大黄素与颜色指标值 L^* 、 a^* 存在极显著相关关系($P<0.01$)。**结论** 荆州公安县章庄铺、黄冈英山县红山镇、荆州松滋县杨林市镇等地药材质量较优, 可作为优质种质资源进行更深入的研究, 通过分析虎杖粉末色差值, 可以预测大黄素的含量。

关键词: 虎杖; 虎杖苷; 白藜芦醇; 大黄素; 色差

Content analysis of main chemical components and its correlation with color difference of *Polygonum cuspidatum* in Hubei province

SHE Yao-Yao, LIU Zi-Hua, ZHANG Ying, LIU Yi-Mei, CHEN Yun-Zhong*

(Hubei Engineering Technology Research Center of Traditional Chinese Medicine and Health Food,
Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430065, China)

ABSTRACT: Objective To analyze the content and powder color difference of the main components in *Polygonum cuspidatum*, evaluate the quality of medicinal materials from different sources and producing areas, and explore the correlation between the content of components and color. **Methods** The contents of polydatin, resveratrol and emodin in 58 batches of medicinal materials were determined by high performance liquid chromatography, and the color difference value of powder was determined by colorimeter. The correlation between main components and color difference was analyzed. **Results** There was significant difference in the content of emodin between cultivated and wild products ($P<0.01$). The content of total resveratrol reached 1.0%. The content of polydatin reached pharmacopoeia standard. Emodin was significantly correlated with color index values L^* and a^* ($P<0.01$). **Conclusion** The quality of medicinal materials is better in Zhangzhuangpu, Gonggan county, Jingzhou, Hongshan town, Yingshan county, Huanggang, Yanglin town, Songzi county, Jingzhou are better, and can be used as high-quality resources for further study. The color difference value of *Polygonum cuspidatum* powder can predict the content of emodin.

基金项目: 虎杖规模化种植及精准扶贫示范研究(2017YFC1701003)

Fund: Supported by the Demonstration Study on Large-Scale Planting and Poverty Alleviation of Polygonum Cuspidatum (2017YFC1701003)

*通信作者: 陈运中, 博士, 教授, 主要研究方向为中药及其制剂的物质基础研究。E-mail: chyzh6204@126.com

*Corresponding author: CHEN Yun-Zhong, Ph.D, Professor, College of Pharmacy, Hubei University of Chinese Medicine, Wuhan 430065, China
E-mail: chyzh6204@126.com

KEY WORDS: *Polygonum cuspidatum*; polydatin; resveratrol; emodin; color difference

0 引 言

虎杖为蓼科植物虎杖(*Polygonum cuspidatum* Sieb.et Zucc)的干燥根茎和根,具有利湿退黄、清热解毒、散瘀止痛、止咳化痰的功效^[1]。大黄素、虎杖苷、白藜芦醇为虎杖主要有效成分^[2]。大黄素可作为轻泄剂,白藜芦醇是一种天然的抗氧化剂,可预防和治疗动脉粥样硬化^[3]、缺血性心脏病^[4]、高血脂等疾病^[5-6],具有抗癌^[7]、抑菌^[8]、抗炎^[9]等活性,在食品、医药、膳食补充剂、保健品和化妆品行业需求广泛^[10]。近年来,虎杖作为白藜芦醇的主要提取原料^[11],其药用价值和经济效益得到了很大提升,但野生资源和目前种植产量远远不能满足市场的需求,中药材市场和白藜芦醇加工企业均遇到了虎杖品质及资源紧缺问题,虎杖作为中药材存在大黄素含量达不到药典标准的现象^[12],发展虎杖规范化和规模化种植,提高栽培虎杖的质量,良种繁育及其配套的种植技术研究势在必行。白藜芦醇提取生产企业收购虎杖原料时要求总白藜芦醇(包括由虎杖苷转化的白藜芦醇)的质量分数不得少于 1.0%,虎杖采购商通常以其外观颜色来初步判断总白藜芦醇含量高低来论价。湖北省栽培虎杖年限较短,十堰房县自 2015 年最早种

植虎杖,目前尚未有文献报道湖北省内虎杖资源品质。药材外观颜色与有效成分积累存在一定相关性^[13],通过色差评价可为建立药材品质评价体系提供参考^[14]。本研究采用高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定湖北省不同产地虎杖中的虎杖苷、白藜芦醇和大黄素含量,对不同产地药材质量进行评价;利用色差仪对虎杖粉末颜色进行测定,分析虎杖主要成分含量及总白藜芦醇含量与颜色值的相关性,以期为虎杖的品质评价及良种繁育提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 药材来源

样品来源于湖北省武汉、十堰、荆州、黄冈、恩施、襄阳、随州、孝感等不同地区野生的虎杖和现有种植基地十堰房县、黄冈英山地区的栽培品,共计 58 批。经湖北中医药大学药教研室刘义梅教授鉴定均为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb.et Zucc 的根茎和根。样品采集后除去泥土和须根后趁鲜切片。40 ℃烘干,备用。样品信息见表 1,颜色为肉眼观察所见。

表 1 58 批虎杖样品信息表
Table 1 Information of 58 batches of samples of *Polygonum cuspidatum*

编号	产地	类型	颜色	编号	产地	类型	颜色	年限/年
Y-1	十堰房县木瓜镇	野生	深黄	Y-30	襄阳市南漳县李庙镇	/	深黄	—
Y-2	十堰房县门古寺镇	/	黄褐	Y-31	襄阳市南漳县城关镇	/	深黄	—
Y-3	十堰房县门古寺镇	/	沙黄	Y-32	孝感市安陆孝河镇	/	深黄	—
Y-4	十堰房县五台山乡	/	沙黄	Y-33	随州市广水市	/	深黄	—
Y-5	十堰房县大木乡	/	沙黄	Z-1	十堰房县门古寺镇	栽培	灰黄	3
Y-6	十堰房县中坝乡	/	沙黄	Z-2	十堰房县门古寺镇	\	黄棕	4
Y-7	十堰房县大木场镇	/	沙黄	Z-3	十堰房县门古寺镇	\	灰黄	3
Y-8	十堰房县城关镇	/	沙黄	Z-4	十堰房县门古寺镇	\	黄	3
Y-9	十堰房县军店镇	/	深黄	Z-5	十堰房县门古寺镇	\	沙黄	4
Y-10	十堰房县军店镇	/	沙黄	Z-6	十堰房县门古寺镇	\	灰黄	3
Y-11	黄冈英山南河镇	/	深黄	Z-7	十堰房县野人谷镇	\	深黄	3
Y-12	黄冈英山温泉镇	/	深黄	Z-8	十堰房县野人谷镇	\	灰黄	3
Y-13	黄冈麻城木子店镇	/	深黄	Z-9	十堰房县土城镇	\	灰黄	4
Y-14	黄冈罗田三里畈镇	/	深黄	Z-10	十堰房县军店镇	\	深黄	2
Y-15	黄冈团风县杜皮乡	/	金黄	Z-11	十堰房县军店镇	\	深黄	2
Y-16	黄冈英山大别山区	/	赭黄	Z-12	十堰房县军店镇	\	绿黄	2

表 1(续)

编号	产地	类型	颜色	编号	产地	类型	颜色	年限/年
Y-17	黄冈蕲春管窑镇	/	黄褐	Z-13	十堰房县军店镇	\	米褐	3
Y-18	黄冈英山红山镇	/	黄褐	Z-14	十堰房县军店镇	\	橙黄	3
Y-19	荆州松滋卸甲坪乡	/	深黄	Z-15	十堰房县军店镇	\	金黄	3
Y-20	荆州松滋杨林市镇	/	深黄	Z-16	十堰房县军店镇	\	沙黄	2
Y-21	荆州松滋刘家场镇	/	深黄	Z-17	十堰房县军店镇	\	黄	3
Y-22	荆州公安县章庄铺镇	/	深黄	Z-18	十堰房县城关镇	\	土黄	3
Y-23	荆州公安县卷桥水库	/	蜜黄	Z-19	十堰房县城关镇	\	橙黄	3
Y-24	武汉市洪山区黄家湖	/	深黄	Z-20	十堰房县青峰镇	\	灰黄	4
Y-25	武汉市黄陂区木兰乡	/	金黄	Z-21	黄冈英山南河镇	\	黄	1
Y-26	武汉市江夏下门唐	/	褐色	Z-22	黄冈英山南河镇	\	深黄	1
Y-27	咸宁通城	/	黄褐	Z-23	黄冈英山南河镇	\	黄	3
Y-28	恩施巴东县绿葱坡镇	/	深黄	Z-24	黄冈英山温泉镇	\	沙黄	2
Y-29	恩施巴东县绿葱坡镇	/	淡黄	Z-25	黄冈英山温泉镇	\	沙黄	3

注:“-”表示虎杖野生品年限不明。

1.2 仪器与试剂

UltiMate 3000 高效液相色谱仪(美国戴安公司); NH310 高品质电脑色差仪(深圳三恩时科技有限公司); Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)(安捷伦科技有限公司); EX125DZH 十万分之一分析天平[奥豪斯仪器(上海)有限公司]; BP 61S 万分之一分析天平(德国赛多利斯集团)。

虎杖苷对照品(批号: B20533)、白藜芦醇对照品(批号: B20044)、大黄素对照品(批号: B20240)(纯度≥98%, 上海源叶生物科技有限公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 德国默克公司); 乙醇(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 虎杖样品中 3 种有效成分含量测定

(1)色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈(A)-水(B), 梯度洗脱(0~10 min, 20% A; 10~20 min, 40% A; 20~35 min, 90% A; 35~40 min, 20% A); 检测波长 284 nm; 柱温 30 ℃; 流速 1 mL/min; 进样量 10 μL。

(2)对照品溶液的制备

取虎杖苷对照品 6.62 mg、白藜芦醇对照品 1.75 mg、大黄素对照品 3.12 mg, 精密称定, 置同一 10 mL 棕色量瓶中, 用甲醇溶解, 配置成质量浓度分别为 0.662 mg/mL 的虎杖苷、0.175 mg/mL 的白藜芦醇、0.312 mg/mL 的大黄素标准液, 即为混合对照品溶液。

(3)供试品溶液的制备

将虎杖样品粉碎后, 过四号筛, 精密称取样品 0.2 g

于具塞锥形瓶中, 精密加入 25 mL 60%乙醇, 称重, 超声处理 30 min, 放至室温, 再次称重, 用 60%乙醇补足失重, 摇匀, 0.45 μm 的微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。

(4)线性关系考察

精密吸取 1.3.1(2)项下制得的混合对照品溶液 0.5 mL, 分别用甲醇定容至 1、2、5、10、25 mL 的容量瓶中, 混匀, 制成不同浓度的混合对照品溶液, 按照 1.3.1(1)项下的色谱条件进行分析, 以质量浓度为横坐标(X, mg/mL)和峰面积为纵坐标(Y)进行线性回归, 得回归方程。

(5)精密度实验

按 1.3.1(3)项下制备虎杖供试品溶液 Y-1, 按 1.3.1(1)项下的色谱条件连续进样 6 次, 计算虎杖苷、白藜芦醇、大黄素峰面积的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)值。

(6)稳定性实验

取虎杖供试品溶液 Y-1, 按 1.3.1(1)项下的色谱条件分别于 0、2、4、8、12、24 h 进样分析, 测定峰面积, 分别计算虎杖苷、白藜芦醇、大黄素峰面积的 RSD 值, 测定 24 h 内供试品的稳定性。

(7)重复性实验

精密称取同一批虎杖样品, 共 6 份, 按 1.3.1(3)项下方法制备供试品溶液, 按 1.3.1(1)项下的色谱条件进行测定, 分别计算虎杖苷、白藜芦醇、大黄素峰面积的 RSD。

(8)加样回收实验

精密称取同一批虎杖样品, 共 6 份, 每份 0.1 g, 分别加入 3 种成分对照品适量, 按 1.3.1(3)项下方法制备供试

品溶液, 按 1.3.1(1)项下色谱条件进样分析, 计算加样回收率。

(9)含量测定

取 1.1 项下虎杖样品, 按 1.3.1(3)项下方法制备供试品溶液, 按 1.3.1(1)项下色谱条件测定虎杖苷、白藜芦醇、大黄素的含量。

1.3.2 虎杖样品色泽测定

(1)测定条件

光源: D65; 视场: 8°视角; 测定孔径: 8 mm; 光源: LED 蓝光激发, 以色度空间 L^* (代表颜色亮度)、 a^* (代表颜色红绿色度)、 b^* (代表颜色黄蓝色度)进行色泽量化, 对色差仪进行黑白板校正以后, 进行样品测定。

(2)精密度考察

取虎杖样品 Y-1 适量, 均匀平铺于测试盒中, 按 1.3.2(1)项下色泽测定条件进行色泽测定, 连续测定 6 次, 记录色差值, 计算 RSD 值。

(3)重复性考察

取适量 Y-1 虎杖样品 6 份, 均匀平铺于测试盒中, 按 1.3.2(1)项下色泽测定条件进行色泽测定, 计算 RSD 值。

(4)外界不同光亮强度稳定性考察

取 Y-1 虎杖样品适量, 分别于 0、2、4、6、10、12 h 按照 1.3.2(1)项下色泽测定条件进行色泽测定, 计算 RSD 值。

(5)样品颜色测定

取 1.1 项下虎杖样品适量, 按“1.3.2(1)”项下色度测定条件进行色差值测定, 每个样品重复测定 3 次, 记录 L^* 、 a^* 、 b^* 的值。

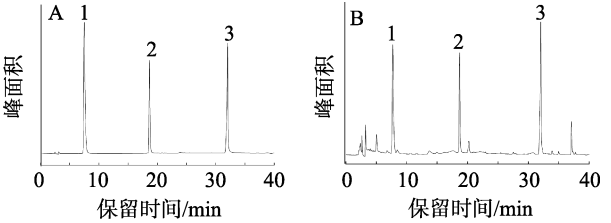
2 结果与分析

2.1 虎杖供试品和混合对照品比较

在 1.3.1(1)色谱条件下, 虎杖供试品溶液和混合对照品溶液见图 1。

2.2 线性关系考察结果

线性关系考察结果见表 2。



注: A.混合对照品; B.供试品; 1.虎杖苷; 2.白藜芦醇; 3.大黄素。

图 1 虎杖供试品和混合对照品色谱图

Fig.1 Chromatogram of extraction in *Polygonum cuspidatum* and mixed reference substance

表 2 虎杖 3 种成分线性关系

Table 2 Linear relationship of three components in *Polygonum cuspidatum*

成分	线性方程	线性范围/(mg/mL)	r^2
虎杖苷	$Y=424.65X+1.7298$	0.01369~0.3791	0.9993
白藜芦醇	$Y=770.66X+0.4677$	0.01158~0.1215	0.9995
大黄素	$Y=640.59X-0.2729$	0.01785~0.1687	0.9994

2.3 方法学考察结果

2.3.1 色谱条件下的精密度、稳定性、重复性结果

经考察, 本研究所用色谱条件下的精密度、稳定性、重复性 RSD 值均小于 2.5%, 加样回收率在 98%~102%之间, RSD 值小于 2.1%, 说明该方法具有良好的精密度、稳定性、重复性以及准确性。

2.3.2 色泽测定条件下的精密度、重复性、稳定性结果

经考察, 本研究所用色泽测定条件下的精密度、重复性、外界不同光亮强度稳定性 RSD 值均小于 1%, 说明该方法具有良好的精密度、重复性以及稳定性。

2.4 虎杖中虎杖苷、白藜芦醇、大黄素含量与色差测定结果

虎杖中虎杖苷、白藜芦醇、大黄素含量与色差测定结果见表 3~4。

表 3 野生虎杖中虎杖苷、白藜芦醇、大黄素含量与色差测定值

Table 3 Color difference and content of polydatin, resveratrol and emodin in the wild *Polygonum cuspidatum*

编号	虎杖苷/(mg/g)	白藜芦醇/(mg/g)	大黄素/(mg/g)	总白藜芦醇/(mg/g)	L^*	a^*	b^*	E^*_{ab}
Y-1	14.85	2.67	12.10	11.28	63.69	12.60	29.26	71.22
Y-2	27.19	7.06	19.29	22.83	57.51	12.29	27.34	64.85
Y-3	21.27	8.61	14.49	20.94	61.62	10.34	30.74	69.63
Y-4	19.80	4.52	12.98	16.00	61.92	10.78	29.57	69.46
Y-5	22.24	4.96	9.37	17.86	65.29	12.24	31.78	73.64
Y-6	17.21	9.68	11.31	19.66	63.36	11.63	31.04	71.51

表 3(续)

编号	虎杖苷/(mg/g)	白藜芦醇/(mg/g)	大黄素/(mg/g)	总白藜芦醇/(mg/g)	L^*	a^*	b^*	E^*ab
Y-7	21.46	8.90	16.45	21.35	61.15	11.93	30.40	69.33
Y-8	32.16	2.85	18.15	21.50	61.90	14.06	32.32	71.23
Y-9	23.03	6.69	18.58	20.05	61.26	12.27	31.15	69.81
Y-10	12.65	5.09	12.19	12.43	63.70	10.14	30.68	71.43
Y-11	31.86	4.86	16.28	23.34	61.40	12.38	31.58	70.15
Y-12	23.08	2.68	7.99	16.07	69.57	13.29	37.47	80.13
Y-13	23.16	3.81	13.44	17.25	67.57	12.28	32.68	76.06
Y-14	21.64	2.60	7.80	15.15	69.44	12.81	36.37	79.43
Y-15	13.57	4.35	15.97	12.22	63.69	11.83	31.87	72.19
Y-16	18.08	2.24	15.02	12.73	57.89	12.02	25.18	64.26
Y-17	10.02	7.52	17.09	13.33	57.09	11.17	27.30	64.26
Y-18	19.88	12.69	19.44	24.22	56.60	10.85	27.30	63.77
Y-19	24.47	7.50	15.32	21.69	60.89	12.38	30.78	69.34
Y-20	28.64	7.47	13.21	24.08	61.94	13.04	31.18	70.56
Y-21	28.95	6.06	13.44	22.85	61.85	12.59	31.31	70.46
Y-22	29.49	7.26	16.93	24.36	62.16	12.80	31.77	70.98
Y-23	15.28	8.59	21.05	17.46	58.90	10.99	28.01	66.14
Y-24	10.81	4.91	8.15	11.18	66.73	10.48	30.21	74.00
Y-25	12.25	3.12	16.49	10.23	63.68	12.16	32.65	72.59
Y-26	5.61	3.49	9.01	6.75	45.67	5.88	13.21	47.90
Y-27	22.74	3.68	15.69	16.87	60.17	10.96	25.85	66.40
Y-28	23.60	3.29	16.02	16.98	65.13	12.46	32.18	73.70
Y-29	36.33	1.44	3.75*	22.51	69.15	9.22	30.52	76.15
Y-30	16.27	3.85	19.24	13.29	61.50	11.14	29.67	69.18
Y-31	29.80	3.58	19.24	20.87	65.10	11.95	31.23	73.19
Y-32	23.57	2.43	14.38	16.10	63.16	11.69	31.02	71.33
Y-33	20.10	5.01	17.60	16.66	62.42	11.79	31.21	70.77

表 4 栽培虎杖中虎杖苷、白藜芦醇、大黄素含量与色差测定值
Table 4 Color difference and content of polydatin, resveratrol and emodin in the cultivated *Polygonum cuspidatum*

编号	虎杖苷/(mg/g)	白藜芦醇/(mg/g)	大黄素/(mg/g)	总白藜芦醇/(mg/g)	L^*	a^*	b^*	E^*ab
Z-1	13.95	7.68	6.30	15.77	61.43	8.12	24.19	66.52
Z-2	22.68	7.68	17.31	20.84	58.99	11.38	25.90	65.42
Z-3	13.69	8.64	9.46	16.58	59.37	8.02	23.45	64.33
Z-4	10.88	6.38	7.56	12.69	68.16	8.97	30.20	75.08
Z-5	30.51	5.73	11.50	23.43	64.92	10.55	29.47	72.08
Z-6	26.82	15.16	17.33	30.71	55.28	10.59	25.31	61.71
Z-7	19.53	3.73	8.21	15.06	65.45	12.34	29.94	73.02

表 4(续)

编号	虎杖苷/(mg/g)	白藜芦醇/(mg/g)	大黄素/(mg/g)	总白藜芦醇/(mg/g)	L^*	a^*	b^*	E^*ab
Z-8	18.11	5.73	11.03	15.18	58.43	9.38	22.68	63.37
Z-9	7.03	10.20	10.25	14.28	62.47	7.85	23.24	67.11
Z-10	19.73	7.03	14.55	18.47	62.68	10.25	28.09	69.45
Z-11	16.54	7.04	14.32	16.64	64.31	12.68	31.79	72.85
Z-12	6.70	7.24	2.27 [#]	11.12	72.19	6.48	26.71	77.24
Z-13	28.78	5.31	6.21	22.00	57.27	9.60	24.09	62.87
Z-14	16.99	13.56	16.60	23.41	61.06	12.77	31.13	69.72
Z-15	5.12	11.67	16.64	14.64	67.09	11.67	34.77	76.46
Z-16	32.94	5.95	4.91 [#]	25.05	65.94	8.65	27.73	72.05
Z-17	47.51	5.53	4.32 [#]	33.09	63.61	8.33	26.71	69.49
Z-18	31.74	4.56	11.34	22.96	62.11	12.51	27.50	69.07
Z-19	24.89	5.51	12.27	19.94	62.73	16.39	34.85	73.61
Z-20	6.97	10.92	2.23 [#]	14.97	69.46	8.48	30.30	76.26
Z-21	6.46	11.10	14.96	14.85	57.11	9.44	26.42	63.63
Z-22	18.46	7.78	4.09 [#]	18.49	65.35	11.61	30.12	72.89
Z-23	19.73	8.87	10.41	20.32	71.55	8.91	30.54	78.30
Z-24	10.41	8.09	9.69	14.12	64.15	12.32	32.68	73.04
Z-25	27.49	6.72	5.44 [#]	22.66	65.86	11.94	32.88	74.57

注: $(E^*ab)=(L^{*2}+a^{*2}+b^{*2})^{1/2}$, “[#]”表示未达到药典标准。

2.5 含量与色差值相关性

利用 SPSS 21.0 软件分析虎杖中虎杖苷、白藜芦醇和大黄素以及总白藜芦醇含量与颜色指标值 L^* 、 a^* 、 b^* 、 E^*ab 的相关性, 结果见表 5。

2.6 回归分析

以颜色指标值 L^* 、 a^* 、 b^* 为自变量, 虎杖中大黄素、白藜芦醇、虎杖苷、总白藜芦醇含量为因变量, 利用 SPSS 21.0 软件进行回归分析, 结果见表 6~8。

表 5 虎杖苷、白藜芦醇、大黄素与 L^* 、 a^* 、 b^* 、 E^*ab 相关性分析
Table 5 Correlation analysis of polydatin, resveratrol, emodin and L , a , b , E^*ab

成分	L^*		a^*		b^*		E^*ab	
	Pearson 相关性	P	Pearson 相关性	P	Pearson 相关性	P	Pearson 相关性	P
虎杖苷	0.045	0.737	0.307 [#]	0.019	0.188	0.158	0.103	0.441
白藜芦醇	-0.192	0.148	-0.206	0.121	-0.148	0.268	-0.203	0.127
大黄素	-0.447 ^{##}	0.000	0.476 ^{##}	0.000	0.106	0.429	-0.285 [#]	0.030
总白藜芦醇	-0.073	0.587	0.178	0.182	0.096	0.475	-0.022	0.872

注: ^{##}为 $P<0.01$ 水平极显著相关; [#]为 $P<0.05$ 水平显著相关。

表 6 虎杖中主要成分含量的模型汇总
Table 6 Model summary of the content of main components in *Polygonum cuspidatum*

成分	r	r^2	调整 r^2	估计标准误差
大黄素	0.720	0.519	0.492	3.473
白藜芦醇	0.401	0.161	0.114	2.881
虎杖苷	0.326	0.106	0.056	8.311
总白藜芦醇	0.213	0.045	0.008	5.029

表 7 虎杖中大黄素含量的方差分析
Table 7 Variance analysis of emodin content in *Polygonum cuspidatum*

成分	模型	SS	f	MS	F	P
大黄素	回归平方和	702.644	3	234.215	19.412	0.000
	残差平方和	651.532	54	12.065		
	总平方和	1354.175	57			

表 8 虎杖中大黄素含量的回归分析
Table 8 Regressing analysis of emodin content in *Polygonum cuspidatum*

成分	模型	非标准化系数	标准系数	<i>t</i>	<i>P</i>
大黄素	(常量)	46.881	—	4.976	0.000
	<i>L</i> [*]	-0.973	-0.883	-4.594	0.000
	<i>a</i> [*]	0.317	0.123	0.624	0.535
	<i>b</i> [*]	0.790	0.621	2.307	0.025

2.7 含量分析

对野生品和栽培品含量测定结果均值见表 9, 相关性分析结果显示栽培品中大黄素含量与生长年限不相关($P>0.05$); 栽培品 25 批中有 6 批大黄素含量未达到药典标准; 相关分析结果显示栽培品中白藜芦醇含量与生长年限不相关($P>0.05$); 58 批虎杖中的虎杖苷含量均达到了药典标准, 25 批栽培品总白藜芦醇的质量分数均达到了 1.0%以上。综合比较 3 种主要成分的含量, 荆州公安县章庄铺镇、黄冈英山县红山镇、荆州市松滋县杨林市镇等地药材质量较优。

表 9 虎杖栽培品和野生品 3 种成分含量比较
Table 9 Comparison of three components between cultivated and wild product of *Polygonum cuspidatum*

成分/(mg/g)	野生	栽培	<i>P</i>
虎杖苷	21.24±6.99	19.35±10.14	0.411
白藜芦醇	5.26±2.56	7.91±2.77	0.000
大黄素	14.47±4.02	9.97±4.65	0.000

2.8 含量与色差相关性

由表 5 可知, 虎杖中虎杖苷与 *a*^{*}显著相关($P<0.05$), 大黄素与 *L*^{*}和 *a*^{*}极显著相关($P=0.000$)。由表 6 可知, 虎杖中大黄素含量与颜色指标值 *L*^{*}、*a*^{*}、*b*^{*}的 r^2 为 0.519, 由表 8 可得回归方程 $Y(\text{大黄素含量})=46.881-0.973\times L^*+0.317\times a^*+0.790\times b^*$ 。由表 7 可知, 大黄素与色差值的方差分析 $F=19.412$, $P=0.000$, 说明虎杖中大黄素的含量与颜色指标值所构成的多元线性回归方程在统计学上是显著的, 通过分析虎杖粉末色差值, 可以预测大黄素的含量。

3 结 论

本研究对湖北虎杖主要化学成分的含量进行了分析, 并对其与色差的相关性进行了研究。研究初步表明虎杖作为白藜芦醇提取原料, 栽培品可以替代野生品, 可以规模化种植解决白藜芦醇加工企业生产中遇到的资源紧缺问题。为了能给企业提供总白藜芦醇含量高的原料和为中药材市场提供达到药典标准的优质虎杖药材, 可以初步选择虎杖苷、白藜芦醇和大黄素含量均较高的优质种质资源,

如荆州市公安县章庄铺镇、黄冈市英山县红山镇、荆州市松滋县杨林市镇等地种质资源, 进行良种繁育及其配套的规范化种植技术研究, 提高栽培虎杖的质量。

引入色度分析原理对虎杖药材颜色进行客观量化, 研究内在成分与外在颜色的相关性, 虎杖中主成分含量和总白藜芦醇含量与颜色指标值的相关分析和回归分析的结果表明, 粉末色差值并不能预测虎杖苷、白藜芦醇和总白藜芦醇的含量, 说明虎杖采购商通过虎杖外观颜色来判断总白藜芦醇含量高低并不准确。相关分析显示大黄素与颜色指标值 *L*^{*}、*a*^{*}存在极显著相关关系($P=0.000$), 与 *L*^{*}呈负相关, 与 *a*^{*}呈正相关, 表明在一定程度上, *L*^{*}值越小, *a*^{*}值越大, 亮度越暗, 颜色偏红的虎杖大黄素含量越高。经检验, 可以通过大黄素与色差值的回归方程初步预测虎杖中的大黄素含量, 说明虎杖粉末颜色可作为预测大黄素含量高低的指标之一。虎杖苷在根茎表皮中的质量分数最高, 白藜芦醇和大黄素在根表皮中质量分数最高^[15], 而表皮部位在虎杖药材粉末中占比小, 后续实验可对根及根茎不同部位颜色值与有效成分的相关性进行探索。蒽醌类成分作为一类天然色素, 虎杖中的蒽醌类成分包括大黄素、大黄酚、大黄酸、大黄素甲醚-1-β-D-葡萄糖苷等, 本研究测定的指标性成分种类较少, 在后续实验中应增加更多指标成分的含量测定, 或通过测定醇溶性浸出物色差与含量的相关性, 进一步探索虎杖色素与化学成分含量的相关性。

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, 2020.
National Pharmacopoeia Committee. Pharmacopoeia of the People's Republic of China [M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2020.

[2] 樊慧婷, 丁世兰, 林洪生. 中药虎杖的药理研究进展[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(15): 2545-2548.
FAN HT, DING SL, LIN HS. Pharmacological research progress of *Polygonum cuspidatum* [J]. Chin J Chin Mater Med, 2013, 38(15): 2545-2548.

[3] LEE CC, CHEN YT, CHIU CC, et al. *Polygonum cuspidatum* extracts as bioactive antioxaion, anti-tyrosinase, immune stimulation and anticancer agents [J]. J Biosci Bioeng, 2015, 119(4): 464-469.

[4] 刘洁, 罗展雄. 白藜芦醇对缺血性心脏病患者血管内皮祖细胞的影响机制[J]. 中国临床研究, 2019, 32(5): 682-685.
LIU J, LUO ZX. Effect of resveratrol on vascular endothelial cells in patients with ischemic heart disease [J]. Chin J Clin Res, 2019, 32(5): 682-685.

[5] AHMAD I, HODA M. Molecular mechanisms of action of resveratrol in modulation of diabetic and non-diabetic cardiomyopathy [J]. Pharmacol Res, 2020, 161: 105112.

[6] MASSIMO, SANTORO, ROBERTO, et al. Resveratrol corrects aberrant splicing of RYR1 pre-mRNA and Ca²⁺ signal in myotonic dystrophy type 1 myotubes [J]. Neural Regen Res, 2020, 15(9): 191-200.

- [7] SIDDQUI IA, SANNA V, AHMAD N, *et al.* Resveratrol nanoformulation for cancer prevention and therapy [J]. *Ann NY Acad Sci*, 2015, 1348(1): 20–31.
- [8] 陈尚岳, 纪亚明, 李玉环, 等. 虎杖白藜芦醇、槲皮素异构体联用抗生素对耐药金黄色葡萄球菌的抑制作用[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(16): 97–101.
- CHEN SY, JI YM, LI YH, *et al.* Inhibition of drug-resistant *Staphylococcus aureus* by antibiotics combined with resveratrol and quercetin isomers [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2019, 40(16): 97–101.
- [9] MONA A, EL-GHAZALY, NOHA A, *et al.* Potential anti-inflammatory action of resveratrol and piperine in adjuvant-induced arthritis: Effect on pro-inflammatory cytokines and oxidative stress biomarkers [J]. *Egypt Rheumatol*, 2020, 42(1): 71–77.
- [10] 李先宽, 李赫宇, 李帅, 等. 白藜芦醇研究进展[J]. *中草药*, 2016, 47(14): 2568–2578.
- LI XK, LI HY, LI S, *et al.* Advance in study on resveratrol [J]. *Chin Tradit Herb Drug*, 2016, 47(14): 2568–2578.
- [11] 张云婷, 黄晓, 陈运中, 等. 虎杖主要化学成分及其生物合成机制研究进展[J]. *中国中药杂志*, 2020, 45(18): 4364–4372.
- ZHANG YT, HUANG X, CHEN YZ, *et al.* Chemical constituents and their biosynthesis mechanisms of *Polygonum cuspidatum* [J]. *Chin J Chin Mater Med*, 2020, 45(18): 4364–4372.
- [12] 罗建明, 黄清松, 李桃. HPLC法同时测定虎杖根中4种蒽醌类成分的含量[J]. *中药材*, 2012, 35(5): 736–738.
- LUO JM, HUANG QS, LI T. Simultaneous determination of four anthraquinones in *Polygonum Cuspidatum* by HPLC [J]. *Chin Med Mat*, 2012, 35(5): 736–738.
- [13] 刘天睿, 金艳, 袁媛, 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.
- LIU TR, JIN Y, YUAN Y, *et al.* Biological research of color and quality evaluation in “quality discrimination by character” of Chinese medicine [J]. *Chin J Chin Mater Med*, 2020, 45(19): 4545–4554.
- [14] 郭换, 刘飞, 梅国荣, 等. 色度分析花椒黄酮类成分含量与颜色值的相关性[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2017, 23(6): 91–97.
- GUO H, LIU F, MEI GR, *et al.* Correlation between flavonoids and color values of *Zanthoxyla Pericarpium* based on chromatometry [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form*, 2017, 23(6): 91–97.
- [15] 孔德暄, 朱映睿, 朱蔚然, 等. HPLC同时测定虎杖根不同部位中的5种活性成分[J]. *中国现代中药*, 2020, 22(1): 53–57.
- KONG DX, ZHU YR, ZHU WR, *et al.* Simultaneous determination of five active components in different parts of *Polygonum Cuspidatum* root by HPLC [J]. *Mod Chin Med*, 2020, 22(1): 53–57.

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介

余瑶瑶, 硕士, 主要研究方向为中药资源及其品质研究;
E-mail: sheyaoyao@163.com.

陈运中, 博士, 教授, 主要研究方向为中药及其制剂的物质基础研究。
E-mail: chyzh6204@126.com.