

9 个产地麦冬中鲁斯可皂苷元、多糖与 3 种黄酮类成分的含量测定与相关性分析

张欣雅, 吴灵雁, 唐嘉浩, 秦路平, 朱 波*
(浙江中医药大学药学院, 浙江 杭州 310053)

摘要: **目的** 测定 9 个产地麦冬中鲁斯可皂苷元、多糖与 3 种黄酮类成分的含量并分析其与产地生境因子间的相关性。**方法** 采用紫外-可见分光光度法测定鲁斯可皂苷元及多糖含量, 高效液相色谱法测定 3 种黄酮类成分含量, 采用 SPSS 23.0 软件分析。**结果** 鲁斯可皂苷元、多糖、麦冬甲基黄烷酮 A、麦冬甲基黄烷酮 B、甲基麦冬高黄酮 A 分别在各自浓度范围内线性关系良好。麦冬甲基黄烷酮 A、B、多糖含量与经度呈正相关, 与纬度呈负相关。甲基麦冬高黄酮 A、鲁斯可皂苷元含量与纬度呈正相关, 与经度、海拔呈负相关。样品分为 3 个类群, 类群 II 鲁斯可皂苷元含量较高; 类群 III 麦冬甲基黄烷酮 A、B 含量与多糖含量较高。**结论** 该方法准确稳定, 可为麦冬的种质选择和质量控制提供依据。

关键词: 麦冬; 产地; 含量测定; 相关性分析

中图分类号: R284.1

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2024)05-1730-04

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2024.05.053

麦冬为百合科植物 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker-Gawl. 的干燥块根, 为浙江地道药材“浙八味”之一, 具有养阴生津、润肺清心的功效, 临床应用广泛, 在四川、浙江、广东、广西、福建等省份多有栽培^[1-3]。目前, 麦冬相关科研报道多集中在制剂工艺^[4]、炮制方法^[5]、化学成分解析^[6]与药理药效研究^[7-8]等, 而对不同产地麦冬中多种主要成分含量测定与相关性分析的研究很少, 仅有的报道也局限于个别产地^[2]。麦冬的药效成分主要有甾体皂苷、多糖、黄酮等^[9-10]。鲁斯可皂苷元是其药材质量控制的关键性指标, 在抗心脑血管疾病、抗肿瘤、抗炎、免疫调节等多方面均能发挥活性作用^[11-12]。多糖类化合物具有抗心肌缺血、抗炎、抗氧化、降血糖等作用^[13-14]。黄酮类化合物具有抗肿瘤、心肌细胞保护、抗衰老等作用^[15], 其中麦冬甲基黄烷酮 A、B 及甲基麦冬高黄酮 A 在麦冬黄酮类成分中较高^[16-17]。本研究收集全国 9 个产区麦冬, 以鲁斯可皂苷元、多糖、麦冬甲基黄烷酮 A、B 及甲基麦冬高黄酮 A 为指标性成分进行多成分含量测定, 并分析其与生境因子间的相关性, 为麦冬药材质量控制和种质资源利用提供参考。

1 材料

1.1 药材 收集浙江、四川、贵州、湖南、湖北等 5 省 9 个产地新鲜野生麦冬样品, 每个产地取 3 个采样地块, 采用对角线五点取样法^[18], 样品经浙江中医药大学刘考铨鉴定为百合科植物麦冬, 样品信息见表 1。

表 1 样品产地信息

采样地点	经度/(°)	纬度/(°)	海拔/m
浙江衢州	118.2 E	28.37 N	433
浙江江山	118.62 E	28.73 N	487
四川广元	105.25 E	32.22 N	266
四川天全	102.34 E	30.02 N	1 663
四川巴中	106.36 E	31.31 N	585
四川南充	106.19 E	31.48 N	456
贵州施秉	108.12 E	26.58 N	762
湖南张家界	110.1 E	29.39 N	446
湖北宜昌	111.2 E	32.22 N	204

1.2 仪器 Waters Alliance e2695HPLC 色谱仪 (美国 Waters 公司); UV1800 紫外分光光度计 [让奇 (上海) 仪器科技有限公司]; 电子天平 (德国赛多利斯公司); XS-02 多功能粉碎机 (上海兆申电子科技有限公司); 机械式超声波清洗机 (杭州法兰特超声波科技有限公司); 超纯水仪 (美国 Millipore 公司); DZF-6030B 真空干燥箱 (上海合恒仪器设备有限公司)。

1.3 试剂 麦冬甲基黄烷酮 A (批号 B20826)、麦冬甲基黄烷酮 B (批号 B20600)、甲基麦冬高黄酮 A (批号 B20599)、鲁斯可皂苷元 (批号 B28138)、无水葡萄糖 (批号 B33747) 对照品均购自上海源叶生物科技有限公司, 纯度均 $\geq 98\%$; 乙腈 (色谱纯, 美国天地公司); 其他试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 鲁斯可皂苷元含量测定

收稿日期: 2023-04-23

基金项目: 浙江省医药卫生科技青年创新人才支持计划 (2022RC052)

作者简介: 张欣雅 (2002—), 女, 研究方向为中药资源评价。E-mail: zhangxinya0721@163.com

* 通信作者: 朱 波 (1986—), 男, 博士, 副研究员, 研究方向为中药资源评价。E-mail: zhubo@zcmu.edu.cn

2.1.1 溶液配制 对照品溶液：取对照品适量，加甲醇溶解，使每 1 mL 含 50 μg 对照品，即得。供试品溶液：取药材粉末适量，加甲醇 50 mL，称质量，加热回流提取 2 h，冷却后补足减失质量，抽滤旋蒸，得浸膏，加 10 mL 水溶解浸膏，用水饱和正丁醇萃取 5 次，每次 10 mL，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤 2 次，每次 5 mL，弃去氨液，旋蒸，得浸膏。浸膏加 80% 甲醇溶解，置于 50 mL 量瓶中，定容至刻度^[19]，即得。

2.1.2 线性关系考察 精密量取对照品溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL，置于具塞试管中，水浴挥干溶剂后加入高氯酸 10 mL，摇匀并置于热水中保温 15 min，取出冷却，在 397 nm 波长处测定 OD 值，以质量浓度为横坐标 (X)，以 OD 值为纵坐标 (Y) 进行回归^[19]，由此可知鲁斯可皂苷元在 2.5~30.0 μg/mL 范围内线性关系良好 (表 2)。

2.1.3 样品含量测定 取供试品溶液 1.5 mL，置于 10 mL 具塞试管中，根据“2.1.2”项下方法测定 OD 值。

2.2 多糖含量测定

2.2.1 溶液配制 对照品溶液：取无水葡萄糖对照品 5 mg，加纯水配制质量浓度为 0.1 mg/mL 的溶液，即得。供试品溶液：取样品 2.0 g 加 100 mL 纯水，在功率 400 W、温度 80 ℃、100 r/min 水浴条件下提取 2.5 h。过滤除药渣，药渣加入 25 mL 纯净水复提。将提取后的样品溶液以 70 ℃ 旋蒸至浓稠，加入 8 倍量无水乙醇静置过夜。3 000 r/min 离心 5 min，取浸膏加水定容至 100 mL，摇匀，稀释 250 倍，即得。

2.2.2 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mL，分别置于 10 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀，配制成系列质量浓度的对照品溶液。称取 0.5 g 蒽酮，加入 100 mL 浓硫酸中，摇匀备用。依次取各梯度对照品溶液 2 mL，冰水浴条件下加入 4 mL 0.5% 蒽酮-硫酸，沸水浴显色 15 min，冰水冷却^[20]。620 nm 波长下测定 OD 值，以葡萄糖质量浓度为横坐标 (X)、OD 值为纵坐标 (Y) 进行回归，结果见表 2，由此可知，多糖在 4.0~20.0 μg/mL 范围内线性关系良好。

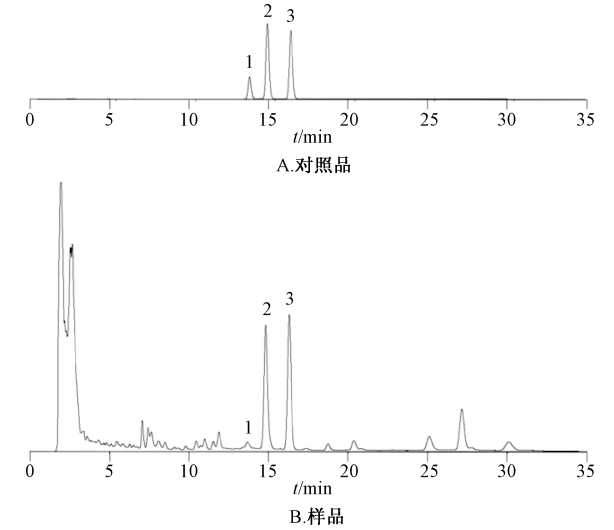
2.2.3 样品含量测定 取“2.2.1”项下供试品溶液 2 mL，620 nm 波长下测定 OD 值，按“2.2.2”项下回归方程计算麦冬多糖的含量。

2.3 麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 含量测定
2.3.1 溶液配制 对照品溶液：取麦冬甲基黄烷酮 A、B、甲基麦冬高黄酮 A 对照品各 25 mg，分别加甲醇超声处理 10~15 min，定容至 25 mL，制成质量浓度均为 1 mg/mL 的溶液，即得。

供试品溶液：取麦冬粉末 3.0 g，加甲醇 50 mL，振摇 15 min，超声提取 45 min (800 W，45 KHz)，过滤，滤液水浴蒸至近干 (1~2 mL)，转入 5 mL 量瓶中，以甲醇洗涤并定容至刻度，用 0.45 μm 滤膜过滤，取滤液，即得。

2.3.2 色谱条件 Kromasil100-5C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm ×

250 mm，5 μm)；流动相乙腈 (A)-水 (B)，梯度洗脱 (0~60 min，35%~65% A)；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30 ℃；蒸发光散射检测器，检测波长 296 nm；漂移管温度 100 ℃；气体体积流量 3.0 L/min；进样量 20 μL^[21]。色谱图见图 1。



1. 甲基麦冬高黄酮 A 2. 麦冬甲基黄烷酮 A 3. 麦冬甲基黄烷酮 B

图 1 麦冬 3 种黄酮成分的 HPLC 色谱图

2.3.3 线性关系考察 精密量取“2.3.1”项下对照品溶液 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL，置于 10 mL 量瓶中，用甲醇定容至刻度，在“2.3.2”项色谱条件下进样测定。以对照品浓度为横坐标 (X)，峰面积为纵坐标 (Y) 进行回归，结果见表 2，由此可知麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 均在 10.0~100.0 μg/mL 范围内线性关系良好。

表 2 各成分线性关系

成分	回归方程	r	线性范围/ (μg·mL ⁻¹)
鲁斯可皂苷元	Y=0.003 7X-0.066 7	0.999 4	2.5~30.0
多糖	Y=0.005 5X-0.004	0.999 9	4.0~20.0
麦冬甲基黄烷酮 A	Y=1 934.3X-95 981	0.999 5	10.0~100.0
麦冬甲基黄烷酮 B	Y=2 408.9X-111 535	0.999 7	10.0~100.0
甲基麦冬高黄酮 A	Y=762.38X+18 283	0.999 8	10.0~100.0

2.3.4 精密度试验 取“2.3.1”项下对照品溶液适量，在“2.3.2”项色谱条件下进样测定 6 次，结果麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 峰面积 RSD 分别为 1.97%、1.87%、1.71%，表明仪器精密度良好。

2.3.5 重复性试验 取本品 (浙江衢州) 6 份，按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.3.2”项色谱条件下进样测定，结果麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 的峰面积 RSD 分别为 2.24%、1.75%、2.45%，表明方法重复性良好。

2.3.6 稳定性试验 取本品 (浙江衢州) 适量，按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液，于 0、2、4、8、12、18、24 h 在“2.3.2”项色谱条件下进样测定，结果麦冬甲

基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 的峰面积 RSD 分别为 1.83%、2.98%、2.05%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.7 样品含量测定 精密称取样品粉末 3.0 g，按“2.1.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.3.2”项色谱条件下进样测定，每个样品平行测定 3 次。

2.4 数据处理 应用 SPSS 23.0 软件处理数据，方差分析采用单因素 ANOVA 分析，聚类分析采用组间连接法。

3 结果

3.1 鲁斯可皂苷元、多糖含量比较 9 个产地麦冬的鲁斯可皂苷元含量存在显著性差异 ($P<0.01$)，结果见表 3。由此可知，9 个产地麦冬样品中鲁斯可皂苷元平均含量为 0.263 9%，其中湖北宜昌产鲁斯可皂苷元含量最高，浙江

衢州产含量最低。从鲁斯可皂苷元含量看，9 个产地麦冬均满足 2020 年版《中国药典》规定的不低于 0.12% 的标准。9 个产地麦冬多糖含量存在显著性差异 ($P<0.01$)，平均含量为 58.341 3%，其中浙江衢州产多糖含量最高，湖北宜昌含量最低。

3.2 麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 的含量比较 9 个产地间麦冬冬甲基黄烷酮 A、B 的含量存在显著性差异 ($P<0.01$)，结果见表 3。麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 含量均值分别为 0.003 8%、0.010 3%、0.033 4%。浙江衢州产麦冬甲基黄烷酮 A、B 含量最高，湖北宜昌含量最低；湖北宜昌产甲基麦冬高黄酮 A 含量最高，浙江衢州含量最低。

表 3 不同产地麦冬样品中各成分含量测定结果

采样地点	鲁斯可皂苷元/%	多糖/%	麦冬甲基黄烷酮 A/%	麦冬甲基黄烷酮 B/%	甲基麦冬高黄酮 A/%
浙江衢州	0.206 9	80.462 1	0.007 0	0.025 5	0.006 0
浙江江山	0.239 4	71.837 1	0.004 3	0.019 5	0.008 9
四川广元	0.251 4	70.655 3	0.004 3	0.013 1	0.010 9
四川天全	0.251 9	64.651 5	0.004 1	0.009 4	0.017 1
四川巴中	0.264 1	55.435 6	0.003 8	0.007 7	0.023 7
四川南充	0.285 3	54.359 8	0.003 6	0.006 5	0.023 7
贵州施秉	0.285 5	49.636 4	0.002 7	0.004 1	0.034 2
湖南张家界	0.294 6	41.174 2	0.002 3	0.003 4	0.076 3
湖北宜昌	0.296 0	36.859 8	0.002 1	0.003 2	0.099 6
平均值	0.263 9**	58.341 3**	0.003 8**	0.010 3**	0.033 4

注：** $P<0.01$ 表示组间差异极显著。

3.3 相关性分析 对不同产地麦冬中的 5 种成分与生境因子进行相关性分析，麦冬甲基黄烷酮 A、B 及多糖含量均与经度呈正相关，与纬度呈负相关，其中麦冬甲基黄烷酮 B

与经度相关系数最大，为 0.640。甲基麦冬高黄酮 A、鲁斯可皂苷元含量均与纬度呈正相关，与经度、海拔呈负相关，见表 4。

表 4 各成分含量与生境因子间的相关性

项目	麦冬甲基黄烷酮 A 含量	麦冬甲基黄烷酮 B 含量	甲基麦冬高黄酮 A 含量	鲁斯可皂苷元含量	多糖含量	经度	纬度
麦冬甲基黄烷酮 A 含量	1.000	—	—	—	—	—	—
麦冬甲基黄烷酮 B 含量	0.926**	1.000	—	—	—	—	—
甲基麦冬高黄酮 A 含量	-0.761*	-0.690*	1.000	—	—	—	—
鲁斯可皂苷元含量	-0.956**	-0.961**	0.759*	1.000	—	—	—
多糖含量	0.920**	0.919**	-0.892**	-0.951**	1.000	—	—
经度	0.401	0.640	-0.034	-0.455	0.311	1.000	—
纬度	-0.181	-0.246	0.230	0.232	-0.189	-0.415	1.000
海拔	0.062	-0.075	-0.296	-0.129	0.152	-0.466	-0.278

注：* $P<0.05$ 表示显著相关；** $P<0.01$ 表示极显著相关。

3.4 聚类分析 以鲁斯可皂苷元，多糖，麦冬甲基黄烷酮 A、B 及甲基麦冬高黄酮 A 含量为参考指标，对 9 个产地麦冬进行聚类分析，根据欧氏距离 $D^2 = 13.59$ 将不同产地麦冬划分为 3 个类群，如图 2 所示。类群 I 共 6 个产地，分别为四川广元、四川天全、浙江江山、四川巴中、四川南充与贵州施秉，该类群麦冬中鲁斯可皂苷元、多糖、麦冬甲基黄烷酮 A、B 及甲基麦冬高黄酮 A 含量与平均水平相近；类群 II 有 2 个产地，分别为湖南张家界、湖北宜昌，这些产地鲁斯可皂苷元及甲基麦冬高黄酮 A 含量明显高于平均水平，多糖及麦冬甲基黄烷酮 A、B 含量明显低于平均水平；类群 III 共有 1 个产地，是浙江衢州，该产地的多糖

含量及麦冬甲基黄烷酮 A、B 含量最高，鲁斯可皂苷元及甲基麦冬高黄酮 A 含量最低。

4 结论与讨论

本实验考察了不同提取溶剂（甲醇、95% 甲醇、80% 甲醇）、提取时间（30、45、60 min）、提取方式（超声提取、加热回流提取）、流动相（乙腈-水、乙腈-0.01% 磷酸水、乙腈-0.02% 醋酸水）对麦冬中 3 种黄酮成分含量测定的影响，发现麦冬甲基黄烷酮 A、B，甲基麦冬高黄酮 A 以甲醇为溶剂，室温振摇 15 min 后超声提取 45 min（800 W，45 KHz）即可提取完全，在流动相乙腈（A）-水（B）、梯度洗脱（0~60 min，35%~65% A）的色谱条件下，色谱峰

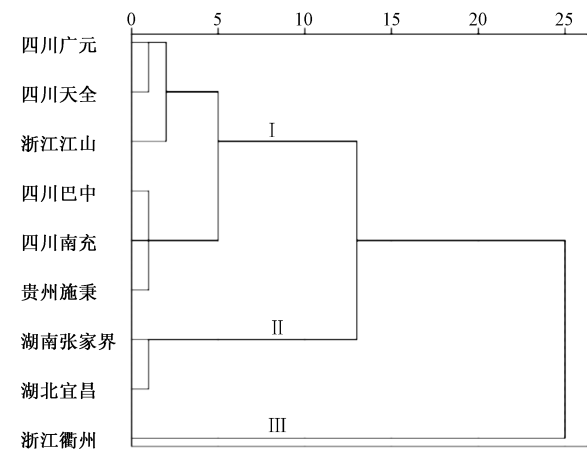


图 2 9 批样品聚类树状图

峰型较好，分离度高。本实验建立的 HPLC 方法稳定性、重复性好，可用于麦冬药材的质量控制。

不同地区的生态环境不同，如光照、降水、温度、土壤等因素，会造成药用植物有效成分含量积累出现差异^[22]。本实验结果显示，9 个产地麦冬中麦冬甲基黄烷酮 A、B，鲁斯可皂苷元及多糖含量均存在统计学差异。其中湖北宜昌产鲁斯可皂苷元含量最高，浙江衢州产最低；浙江衢州产多糖含量最高，湖北宜昌产最低；浙江衢州产麦冬甲基黄烷酮 A、B 含量最高，湖北宜昌产最低；湖北宜昌产甲基麦冬高黄酮 A 含量最高，浙江衢州产最低。鲁斯可皂苷元、甲基麦冬高黄酮 A 含量与纬度呈正相关，与经度、海拔呈负相关；多糖、麦冬甲基黄烷酮 A 含量与经度、海拔呈正相关，与纬度呈负相关；麦冬甲基黄烷酮 B 含量与纬度呈正相关，与经度、海拔呈负相关。高纬度、低经度、低海拔地区栽培麦冬有利于其鲁斯可皂苷元含量积累；高鲁斯可皂苷元含量种质筛选时，可优先在湖南、湖北种质中选择；高多糖含量种质筛选时，可优先在浙江种质中选择。

本实验分析了生境因素对有效成分的影响，探讨生境因子-有效成分两者的关系，可服务于不同产地麦冬生态适宜性及种质优越性的分析和评价。但本实验只收集了 9 个产地，每个产地样品量少，尚有其他产地样品未收集到，后续将广泛收集其他产地样品，进一步丰富和完善野生麦冬的有效成分基础研究工作，为其质量控制提供参考依据。

参考文献：

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：2020 年版一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2020：14-15.

[2] 顾志荣, 李 芹, 吕 鑫, 等. 川麦冬、浙麦冬中 8 种成分测定及综合质量评价[J]. 中成药, 2021, 43(6): 1513-1520.

[3] 岑晓霞, 孙 健, 沈晓霞, 等. 基于 SRAP 和 ISSR 标记的栽培麦冬起源和遗传多样性研究[J]. 中药材, 2021, 44

(3): 555-561.

[4] 张 妍, 刘太林, 董 晨. 麦冬多糖滴丸制备工艺的研究[J]. 食品工业, 2018, 39(8): 116-118.

[5] 徐 婷, 张 涛, 周 玉, 等. 不同炮制工艺麦冬总皂苷含量与活性评价[J]. 化学研究与应用, 2021, 33(3): 568-572.

[6] 旷湘楠, 徐 凯, 王 萱, 等. 麦冬中酚类化学成分研究[J]. 河北中医药学报, 2019, 34(6): 45-47.

[7] 赵玲琳, 张 勇, 薛 慧, 等. 麦冬皂苷 D 对大鼠心肌细胞缺氧复氧损伤的保护作用及机制研究[J]. 中国循环杂志, 2022, 37(2): 178-184.

[8] 孙 妍, 王 静, 侯 喆, 等. 麦冬有效部位对支原体感染小鼠肺组织水通道蛋白 1、5 表达的影响[J]. 中国中医药科技, 2021, 28(6): 893-896.

[9] 迟宇昊, 李 暘, 申 远. 麦冬化学成分及药理作用研究进展[J]. 新乡医学院学报, 2021, 38(2): 189-192.

[10] 李小辉, 袁名睿, 陆雪萍, 等. 麦冬的化学成分研究[J]. 中草药, 2021, 52(13): 3804-3809.

[11] 周二付. 中药材麦冬的药理作用研究[J]. 中医临床研究, 2017, 9(9): 125-126.

[12] 张光晨, 王一豪, 阮盼盼, 等. 麦冬皂苷 D 对异丙肾上腺素诱导的心肌细胞损伤的保护作用及靶点初探[J]. 中国中药杂志, 2022, 47(10): 2721-2728.

[13] 张璐欣, 周学谦, 李德坤, 等. 麦冬多糖的化学组成、分析方法和药理作用研究进展[J]. 药物评价研究, 2017, 40(2): 279-284.

[14] 宋 娜, 苏东峰, 刘晓燕, 等. 麦冬多糖对糖尿病围绝经期大鼠血清 SOD、GSH-Px、CAT、MDA 水平的影响[J]. 东南大学学报(医学版), 2019, 38(6): 979-984.

[15] 彭 婉, 马 骁, 王 建, 等. 麦冬化学成分及药理作用研究进展[J]. 中草药, 2018, 49(2): 477-488.

[16] 李红彦, 蔡晓洋, 杨瑞山, 等. 川麦冬药材商品等级标准及质量评价[J]. 中成药, 2023, 45(2): 641-646.

[17] 张 艺, 彭 昕, 徐建中, 等. 基于代谢组学的麦冬和山麦冬类黄酮化合物的差异性研究[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(9): 1170-1179.

[18] 徐世浩, 孟凡旭, 赵宏光, 等. 决明农艺性状与其种子中蒽醌类物质含量之间的相关性分析[J]. 山西农业大学学报(自然科学版), 2021, 41(1): 40-47.

[19] 林 冰, 齐美娜, 杨光辉, 等. 不同干燥方式对麦冬品质的影响[J]. 山地农业生物学报, 2013, 32(5): 442-444.

[20] 张 琳, 杨范莉, 张祺嘉钰, 等. 不同提取方法对不同产地麦冬中芦丁和麦冬多糖含量及其抗氧化活性的影响[J]. 西北药学杂志, 2020, 35(3): 317-321.

[21] 李 敏, 吴发明, 杨瑞山, 等. 一种检测麦冬中黄酮含量的高效液相色谱方法：中国, 201510683436. X[P]. 2016-02-03.

[22] 曾凡琳, 温美佳, 王 欢, 等. 道地药材气候生态位研究[J]. 时珍国医国药, 2016, 27(5): 1227-1230.