

· 中药农业 ·

河北与山西产黄芩药材中主要黄酮类成分的
含量比较研究申洁^{1,2}, 李珮^{1,2}, 刘双双^{1,2}, 李世³, 王继永⁴, 曾燕⁴, 刘海涛^{1,2}, 何春年^{1,2*}, 孙晓波^{1,2}, 肖培根^{1,2}

1. 中国医学科学院 北京协和医学院 药用植物研究所, 北京 100193;

2. 教育部中草药物质基础与资源利用重点实验室, 北京 100193;

3. 河北旅游职业学院, 河北 承德 067000; 4. 中国中药有限公司, 北京 100195

[摘要] 目的: 比较黄芩药材中9种主要黄酮类活性成分在河北与山西省以及不同生长年限、不同采收季节的含量分布情况, 为黄芩优质药材的评价提供一定的参考。方法: 采用 HPLC-DAD 方法, 以甲醇(A)-乙腈(B)-0.1% 甲酸水(C)为流动相进行梯度洗脱, 采集色谱数据, 获得各成分含量, 并对测定结果进行差异显著性检验。结果: 河北与山西产黄芩药材中野黄芩苷和千层纸素A的含量存在显著性差异, 且前者高于后者; 综合两个产地, 3年生黄芩中黄芩苷、汉黄芩苷含量较高, 与1年生、2年生和7年生的黄芩存在显著性差异; 河北地区春季采收的黄芩药材中野黄芩苷、黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素的含量高于秋季采收的黄芩, 存在显著性差异。结论: 本研究表明河北产区与山西产区黄芩药材的质量存在一定的差异性, 且两产地均存在质量不均一的现象, 提示要规范黄芩种植, 以提高黄芩品质。另外, 3年生且春季采收的黄芩药材黄酮类化合物含量高, 品质较好。本研究基于 HPLC 采用多组分分析对河北与山西产区的黄芩药材种主要黄酮类成分的比较研究, 为黄芩优质药材的评价提供一定的参考。

[关键词] 黄芩; 黄酮; 含量测定; HPLC**[中图分类号]** R282; R284 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1673-4890(2019)04-0487-07**doi:**10.13313/j.issn.1673-4890.20180926003

Comparative Study on Main Flavonoids of Scutellariae Radix in Hebei and Shanxi Province

SHEN Jie^{1,2}, LI Pei^{1,2}, LIU Shuang-shuang^{1,2}, LI Shi³, WANG Ji-yong⁴, ZENG Yan⁴, LIU Hai-tao^{1,2},
HE Chun-nian^{1,2*}, SUN Xiao-bo^{1,2}, XIAO Pei-gen^{1,2}1. Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Science, Peking Union Medical College,
Beijing 100193, China;2. Key Laboratory of Bioactive Substances and Resources Utilization of Chinese Herbal Medicine, Ministry of Education,
Beijing 100193, China;

3. Hebei Tourism Vocational College, Chengde, Chengde 067000, China;

4. China National Traditional Chinese Medicine, Beijing 100195, China

[Abstract] **Objective:** To compare the content of 9 main flavonoids in Scutellariae Radix from different habitats, different growth years and different harvest periods and provide a certain reference for the evaluation of high quality of Scutellariae Radix. **Methods:** HPLC determinations were performed on a YMC-pack ODS-A column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm). The mobile phase was a gradient prepared from mixtures of methyl alcohol, acetonitrile and 0.1% formic acid, the chromatographic data were collected to obtain the content of each component. **Results:** The results indicated that there existed a significant difference in the content of scutellarin and oroxylin A between the Hebei province and Shanxi province, and the former content of these two compounds were higher than the later. Considering two places, the content of baicalin and baicalein in the 3-year-old was higher than that in 1 year, 2 years and 7 years old. The content of scutellarin, baicalin, wogonoside and baicalein col-

[△] **[基金项目]** 首都市民健康项目培育(Z161100000116101); 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-ZY-45); 中国医学科学院医学与健康科技创新工程经费资助(2016-I2M-1-012)

^{*} **[通信作者]** 何春年, 研究员, 研究方向: 中药质量评价与药用植物亲缘学研究; Tel: (010)57833165, E-mail: cnhe@implad.ac.cn

lected in the spring in Hebei was higher than those harvested in autumn. **Conclusion:** This study shows that there is a certain difference in the quality of *Scutellariae Radix* between the Hebei Province and Shanxi Province. In addition, the flavonoids of *Scutellariae Radix* collected in 3 years and harvested in spring are high in content and good in quality. This study based on HPLC using multi-component analysis of the comparative study on the main flavonoids between Hebei Province and Shanxi Province of *Scutellariae Radix*, and provide a reference for more comprehensive quality evaluation of *Scutellariae Radix*.

[**Keywords**] *Scutellariae Radix*; flavonoids; quality control; HPLC

中药黄芩为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根, 在春秋采集, 始载于《神农本草经》, 目前为例版《中华人民共和国药典》所收录。其性寒、味苦, 能清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎。现代药理学研究表明其主要活性成分为黄酮类化合物, 如黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素等^[1-2], 具有抗氧化^[3-4]、抗菌^[5]、抗病毒^[6]、抗肿瘤^[7-8]、保护肝脏和提高免疫^[9-10]等多种药理活性。

据贾蔷等^[11]报道, 在《中药部颁标准》中有 477 个成方制剂中含有黄芩, 包含主治疾病 153 种。黄芩药材临床用量较大, 国内年需量达 5000 多吨^[12]。随着黄芩资源需求量加大, 野生资源已不能满足社会需求, 栽培黄芩已成为我国黄芩药源的主要来源, 国内已大量栽培。黄芩主要分布于长江以北大部分省区及西北和西南地区, 现今习惯以河北承德为黄芩的道地产区, 并认为河北承德黄芩药材质量较好^[13], 其以仿野生栽培黄芩为主。另外, 现以山西产量大, 为人工栽培 2~3 年生黄芩的主要产区^[14]。目前尚未有针对两地黄芩药材主要化学成分的对比研究。

为更加合理的评价河北与山西两个产区来源的黄芩药材的质量情况, 本课题组系统的收集了河北省承德市的黄芩样品与山西省的黄芩样品共 32 份。采用多组分含量测定的 HPLC-DAD 的方法, 测定了黄芩药材主要黄酮类化合物的含量, 并比较了不同产地、不同年限、不同采收季节的黄芩药材主要黄酮化学成分含量的差异。为黄芩优质药材的综合评价进一步提供了相应的实验依据。

1 材料与仪器

1.1 材料

32 批黄芩样品均由本课题组采集或收集, 原植物保存于药用植物研究所亲缘中心植物样品陈列室, 由中国医学科学院药用植物研究所肖培根研究员鉴定。样品信息见表 1。对照品野黄芩苷(3)、芹菜素-7-O-

β -D-葡萄糖苷(4)、黄芩苷(5)、木犀草素(7)、汉黄芩苷(8)、山姜素(9)、芹菜素(10)、黄芩素(11)、汉黄芩素(12)、白杨素(13)和千层纸素 A(14)购于中国食品药品检定研究院, 纯度均大于 98%; 异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷(1)、红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷(2)、白杨素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷(6)为本实验室从黄芩中分离得到, 并经 UV、IR、NMR 等谱学数据鉴定, HPLC 检测纯度大于 95%, 其中化合物(1)和(2)为 C(2)-R, S 构型混合物, 混合比例为 1:1。甲醇、乙腈为色谱纯(Fisher Scientific); 甲酸(CNW 公司, 德国); 纯净水(Milli-Q, Millipore 公司, 美国)。

1.2 仪器

Agilent 1200 HPLC (G1322A 型在线脱气机、G1311A 型液相泵、G1329A 自动进样器、G1316A 柱温箱、G1315B 型 DAD 检测器、Agilent 色谱工作站); 梅特勒-托利多电子天平(AL204); C9860A 超声波清洗器(上海杰恩普超声设备有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

本实验方法采用已有的 HPLC-DAD 方法^[15], 该方法基于 HPLC-DAD 多成分含量测定能够满足黄芩药材样品的测定, 且仪器精密度、方法重复性、稳定性、对照品线性关系和加样回收率等均符合要求。色谱柱为 YMC-pack ODS-A(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相为甲醇(A)、乙腈(B)和 0.1% 甲酸水(C), 梯度洗脱, 线性洗脱程序为: 0~60 min, A-B-C(15:5:80)到 A-B-C(80:10:10)。每针进样分析完毕用初始流动相平衡 15 min 再进行下一针分析。流速为 1.0 mL $\cdot$ min⁻¹; 柱温 30 $^{\circ}$ C; 紫外检测波长为 278 nm; 进样体积为 10 μ L。用安捷伦工作站 Chemstation software(C. 01. 06)采集数据并分析。

2.2 供试品溶液的制备

取黄芩根部干燥样品, 粉碎、过 40 目筛, 精密

称取粉末约 0.5 g 于 50 mL 的容量瓶中,精密加入相应体积的 70% 乙醇水,定容至刻度,超声提取 30 min,放置室温,用 70% 乙醇水补足减少的体积,0.45 μm 滤膜过滤,作为供试品溶液。

2.3 混合对照品溶液的制备

分别精密称取 14 个对照品适量,置 10 mL 容量瓶

中,用甲醇溶解并定容至刻度,混匀,得到各对照品的储备液。将各对照品的储备液各取适量后,置 10 mL 容量瓶中,混匀,并用甲醇定容置刻度,混匀后得混合对照品的储备液。所有的对照品溶液均储存在 4 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.4 样品测定

分别精密称取表 1 中的各份样品约 0.5 g,按照

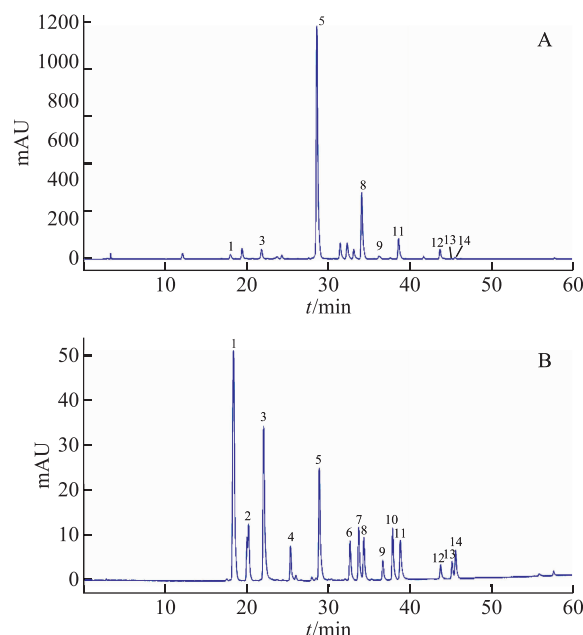
表 1 32 批黄芩样品采集信息

编号	采集时间 (年-月-日)	产地	生长方式	生长年限
1	2017-11-02	河北省承德市滦平县	仿野生	1 年生
2	2017-11-05	河北省承德市丰宁满族自治县	仿野生	2.5~3 年生
3	2017-11-04	河北省承德市平泉县	仿野生	2~3 年生
4	2017-11-02	河北省承德市宽城满族自治县	仿野生	2 年生
5	2017-11-04	河北省承德市围场满族蒙古族自治县	仿野生	2 年生
6	2017-11-02	河北省承德市滦平县	仿野生	3 年生
7	2017-11-00	河北省承德市承德县	仿野生	3 年生
8	2017-11-04	河北省承德市平泉县	仿野生	4 年生
9	2017-11-04	河北省承德市围场满族蒙古族自治县	仿野生	5~6 年生
10	2017-03	河北省承德市宽城满族自治县	仿野生	5~7 年生
11	2017-03	河北省承德市宽城满族自治县	仿野生	5~7 年生
12	2017-03	河北省承德市滦平县	仿野生	5~7 年生
13	2017-03	河北省承德市滦平县	仿野生	5~7 年生
14	2017-03	河北省承德市滦平县	仿野生	5~7 年生
15	2017-03	河北省承德市兴隆县	仿野生	5~7 年生
16	2017-11-03	河北省承德市宽城满族自治县	仿野生	6 年生
17	2017-11-05	河北省承德市围场满族蒙古族自治县	仿野生	7 年生
18	2017-11-05	河北省承德市隆化县	仿野生	7 年生
19	2017-11-05	河北省承德市隆化县	仿野生	7 年生
20	2017-11-02	河北省承德市滦平县	仿野生	多年生
21	2017-11-02	河北省承德市滦平县	仿野生	多年生
22	2017-11-02	河北省承德市宽城满族自治县	仿野生	多年生
23	2017-11-05	河北省承德市围场满族蒙古族自治县	仿野生	移栽后 3 年生
24	2017-09-28	山西省晋中市太谷县	栽培	1 年生
25	2017-09-28	山西省晋中市太谷县	栽培	2.5~3 年生
26	2017-11-13	山西省运城市芮城	栽培	2 年生
27	2017-11-14	山西省临汾市古县	栽培	2 年生
28	2017-11-13	山西省运城市芮城	栽培	3 年生
29	2017-11-14	山西省临汾市古县	栽培	3 年生
30	2017-11-13	山西省临汾市古县	栽培	5~6 年生
31	2017-11-13	山西省临汾市古县	野生	多年生
32	2017-11-14	山西省太原市楼烦县	野生	多年生

2.2 项下供试品溶液的制备方法进行处理,按照2.1项下所建立的分析方法进行测定,计算各样品中测得成分的含量,含量测定结果见表2。

2.5 黄芩药材中主要黄酮类化合物的含量比较

采于河北省承德县与山西省的共32批黄芩药材样品中,经与各标准品比对共指认9个黄酮类化合物,其他化合物未检出(黄芩药材代表性样品与标准品色谱图见图1),该9个黄酮类化合物含量测定结果见表2。结果表明不同产区黄芩药材9个黄酮类化合物的含量差别较大,各黄酮的质量分数范围分别为:0.79 ~ 5.68 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (1)、2.84 ~ 14.43 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (3)、69.73 ~ 147.18 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (5)、8.54 ~ 35.54 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (8)、0.27 ~ 2.55 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (9)、1.1 ~ 18.3 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (11)、0.75 ~ 7.08 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (12)、0.04 ~ 1.32 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (13)、0.09 ~ 2.14 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ (14)。化合物含量高低顺序依次为黄芩苷(5) > 汉黄芩苷(8) > 黄芩素(11) > 野黄芩苷(3) > 汉黄芩素(12) > 异红花草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷(1) > 千层纸素A(14) > 白杨素(13)。



注: 1. 异红花草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷; 2. 红花草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷; 3. 野黄芩苷; 4. 芹菜素-7-O- β -D-葡萄糖苷; 5. 黄芩苷; 6. 白杨素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷; 7. 木犀草素; 8. 汉黄芩苷; 9. 山姜素; 10. 芹菜素; 11. 黄芩素; 12. 汉黄芩素; 13. 白杨素; 14. 千层纸素A。

图1 黄芩代表性样品(A)与对照品(B)叠加谱图

表2 32批黄芩药材样品中主要黄酮类化合物含量测定结果

编号	异红花草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷	野黄芩苷	黄芩苷	汉黄芩苷	山姜素	黄芩素	汉黄芩素	白杨素	千层纸素A
1	1.61	5.87	86.20	18.71	1.19	2.91	2.68	0.06	0.35
2	2.00	5.64	86.98	21.67	0.98	2.45	2.55	0.23	0.38
3	2.58	4.17	109.76	22.95	1.69	4.70	3.31	0.11	0.74
4	1.36	4.55	69.73	15.04	0.92	1.42	1.25	0.04	0.24
5	1.35	5.77	73.80	10.16	0.27	2.61	3.70	0.44	0.09
6	1.69	7.07	105.23	22.63	1.40	5.56	5.41	0.14	0.90
7	0.91	9.80	117.49	26.38	0.46	5.08	2.32	0.08	0.56
8	2.28	5.10	92.25	19.82	0.49	2.95	2.68	0.08	0.30
9	1.49	5.07	80.17	22.00	0.85	3.80	5.17	0.12	0.59
10	1.67	10.74	141.73	30.89	1.13	5.30	1.85	0.16	0.14
11	0.79	8.58	123.78	26.32	1.23	8.05	7.08	0.25	1.14
12	1.84	13.63	130.11	32.69	1.59	14.69	3.25	0.29	1.70
13	2.04	13.32	134.04	28.35	1.15	7.79	3.31	0.13	0.64
14	1.65	11.12	127.99	35.54	1.68	18.30	4.09	0.46	2.14
15	2.21	14.43	147.18	33.98	0.90	5.99	4.99	0.17	0.92
16	1.49	2.84	87.52	10.18	0.60	1.48	1.10	0.32	0.14

续表 2

编号	异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷	野黄芩苷	黄芩苷	汉黄芩苷	山姜素	黄芩素	汉黄芩素	白杨素	千层纸素 A
17	2.54	4.79	94.26	10.52	0.49	6.67	5.51	0.07	0.16
18	1.56	4.70	95.90	23.47	2.55	6.82	5.91	0.15	1.53
19	2.06	5.82	77.77	8.54	0.39	7.39	6.09	0.07	0.20
20	5.60	4.95	128.02	24.11	0.65	4.13	2.76	0.08	0.50
21	5.68	5.05	117.69	22.30	1.27	3.34	2.25	0.07	0.36
22	1.54	4.80	78.73	13.85	0.48	3.18	4.17	1.32	0.10
23	1.48	5.25	79.19	10.23	0.74	4.32	3.78	0.08	0.13
24	1.12	6.64	72.81	10.13	0.93	1.10	0.75	0.10	0.09
25	1.49	2.84	87.52	10.18	0.60	1.48	1.10	0.32	0.14
26	1.57	6.44	69.91	16.99	1.17	2.45	2.10	0.13	0.35
27	1.54	5.59	105.46	22.28	1.20	4.61	3.06	0.09	0.42
28	2.11	8.13	145.86	33.69	2.10	4.36	2.56	0.10	0.42
29	2.01	6.20	110.55	17.99	2.04	4.34	2.36	0.09	0.54
30	2.01	4.91	92.06	15.63	0.69	5.64	3.44	0.12	0.37
31	3.68	5.88	86.18	16.71	1.15	5.97	2.99	0.16	0.49
32	3.13	5.27	135.68	24.30	1.59	1.91	1.27	0.05	0.34

2.5.1 河北产区与山西产区黄芩药材的黄酮含量对比分析 对实验数据进一步进行统计,分析了不同产区、生长年限、采收季节这些因素对黄酮类化合物含量的影响,不同产区黄芩药材的黄酮含量对比分析结果见表3。该统计学分析结果表明,河北产区和山西产区黄芩药材中所测得的野黄芩苷与千层纸素 A 的含量在两个地区间存在显著差异。另外,两地区测定的黄酮总含量不存在显著性差异。说明两地黄芩药材测定的黄酮总含量存在一定的一致性,但从单体黄酮类化合物含量角度出发,两地黄芩药材质量却存在一定的差异性。

表 3 不同产区黄芩药材中主要黄酮类化合物含量对比分析($\bar{x} \pm s$)

化合物	mg·g ⁻¹	
	河北承德市(n=23)	山西(n=9)
异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷	1.67 $\pm$ 1.21a	2.01 $\pm$ 0.83a
野黄芩苷	7.90 $\pm$ 3.38a	5.88 $\pm$ 1.44b
黄芩苷	103.72 $\pm$ 23.92a	100.67 $\pm$ 26.38a
汉黄芩苷	21.30 $\pm$ 8.14a	18.65 $\pm$ 7.35a
山姜素	0.92 $\pm$ 0.54a	1.27 $\pm$ 0.54a
黄芩素	5.61 $\pm$ 3.97a	4.54 $\pm$ 1.83a
汉黄芩素	3.70 $\pm$ 1.62a	2.18 $\pm$ 0.95a
白杨素	0.21 $\pm$ 0.27a	0.13 $\pm$ 0.08a
千层纸素 A	0.61 $\pm$ 0.56a	0.35 $\pm$ 0.15b
总和	145.32 $\pm$ 37.25aa	134.64 $\pm$ 34.99a

注:采用 Duncan's multiple range test 方差分析,同一列同一浓度不同字母代表在 $P < 0.05$ 水平差异具有统计学意义。

2.5.2 不同生长年限黄芩药材的黄酮含量对比分析 不同生长年限黄芩药材的黄酮含量测定结果见表4,3年生黄芩药材的黄芩苷、汉黄芩苷含量较高,且与其他年限生长黄芩药材间存在显著性差异;不同生长年限黄芩药材中黄酮类化合物:异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷、汉黄芩苷、山姜素、白杨素、千层纸素 A 的含量无显著性差异;3年生黄芩药材的野黄芩苷含量与2年和7年生的黄芩药材存在显著差异,而与1年生黄芩药材中的含量相近,无显著差异;7年生黄芩素和汉黄芩苷的含量与其他生长年限的黄芩药材,含量较高且存在显著差异。化合物异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷、汉黄芩苷、山姜素、黄芩素、千层纸素 A 的含量,3年生>2年生>1年生,随着年限的延长含量呈上升趋势。测定的各黄酮总含量,3年生黄芩药材最高,1年生与2年生黄芩药材总量相近。

2.5.3 不同采收期黄芩药材的黄酮含量对比分析 不同采收时期黄芩药材的黄酮含量测定结果见表5,结果显示化合物野黄芩苷、黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素的含量在春季和采收的黄芩根部中有显著性差异,其在春季采收时含量更高。其他5种黄酮类化合物在不同采收期黄芩药材中的含量相近,无显著性差异。春季采收的测得各黄酮总含量与秋季的存在显著性差异,且前者高于后者。

表4 不同生长年限黄芩药材的黄酮含量测定结果($\bar{x} \pm s$)

化合物	1年($n=2$)	2年($n=4$)	3年($n=4$)	7年($n=3$)
异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷	1.37 $\pm$ 0.35a	1.45 $\pm$ 0.12a	1.85 $\pm$ 0.54a	2.06 $\pm$ 0.49a
野黄芩苷	6.26 $\pm$ 0.55ab	5.68 $\pm$ 0.78a	7.60 $\pm$ 1.55b	4.79 $\pm$ 0.62a
黄芩苷	79.51 $\pm$ 9.47a	71.86 $\pm$ 17.26a	114.02 $\pm$ 18.1b	94.26 $\pm$ 10.03a
汉黄芩苷	14.42 $\pm$ 6.07a	16.01 $\pm$ 5.01a	24.50 $\pm$ 6.63b	10.52 $\pm$ 8.11a
山姜素	1.06 $\pm$ 0.19a	1.04 $\pm$ 0.43a	1.72 $\pm$ 0.76a	0.49 $\pm$ 1.22a
黄芩素	2.01 $\pm$ 1.28a	2.53 $\pm$ 1.34a	4.72 $\pm$ 0.59b	6.82 $\pm$ 0.38c
汉黄芩素	1.71 $\pm$ 1.37a	2.58 $\pm$ 1.08ab	2.46 $\pm$ 1.50ab	5.91 $\pm$ 0.30c
白杨素	0.08 $\pm$ 0.02a	0.11 $\pm$ 0.18a	0.09 $\pm$ 0.03a	0.07 $\pm$ 0.05a
千层纸素 A	0.22 $\pm$ 0.19a	0.30 $\pm$ 0.14a	0.55 $\pm$ 0.21a	0.20 $\pm$ 0.78a
总和	106.10 $\pm$ 18.34a	101.56 $\pm$ 23.31ab	156.54 $\pm$ 24.24c	125.12 $\pm$ 17.13ab

注: 采用 Duncan's multiple range test 方差分析, 同一列同一浓度不同字母代表在 $P < 0.05$ 水平差异具有统计学意义。

表5 不同采收时期黄芩药材的黄酮含量测定结果($\bar{x} \pm s$)

化合物	春季采收 (5~7年生)	秋季采收 (6~7年生)
异红花素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷	1.70 $\pm$ 0.45a	2.65 $\pm$ 1.52a
野黄芩苷	11.97 $\pm$ 2.01a	4.62 $\pm$ 0.98b
黄芩苷	134.14 $\pm$ 8.05a	96.7 $\pm$ 16.91b
汉黄芩苷	31.29 $\pm$ 3.18a	15.36 $\pm$ 6.92b
山姜素	1.28 $\pm$ 0.27a	0.94 $\pm$ 0.81a
黄芩素	10.02 $\pm$ 4.79a	5.30 $\pm$ 2.21b
汉黄芩素	4.10 $\pm$ 1.64a	4.1 $\pm$ 1.99a
白杨素	0.24 $\pm$ 0.11a	0.14 $\pm$ 0.10a
千层纸素 A	1.11 $\pm$ 0.66a	0.51 $\pm$ 0.53a
总和	195.85 $\pm$ 10.54a	130.48 $\pm$ 24.12a

注: 采用 Duncan's multiple range test 方差分析, 同一列同一浓度不同字母代表在 $P < 0.05$ 水平差异具有统计学意义。

3 讨论

3.1 黄芩药材样品的采集

黄芩药材样品的采集地点的选择合适: 产于河北省承德市的热河黄芩是目前普遍认为的道地药材, 在20世纪30年代,《药物出产辨》已有记载“直隶、热河一带均有出”, 而山西虽为非道地黄芩产区, 却为2~3年生黄芩药材的主产区^[16]; 本研究黄芩样品采集较为全面和典型: 黄芩道地药材样品收集全面, 系统性的收集了河北省承德市各县的黄芩药材。非道地产区山西则主要采集产量较大的晋中与晋南地区的黄芩药材样品。

3.2 测定结果分析

本课题组利用建立的测定黄芩植物主要黄酮类

化合物的 HPLC 方法, 测定了河北与山西不同产地、不同年限、不同采收季节的黄芩药材的9个黄酮类化合物的含量, 并系统地分析了彼此间的差异性。河北省承德市与山西产区的黄芩药材中野黄芩苷和千层纸素 A 的含量存在显著性差异。另外, 综合两个产地测定结果发现, 不同生长年限的黄芩药材中黄酮类化合物的含量存在一定的差异性, 其中3年生黄芩药材的黄芩苷、汉黄芩苷含量较高, 与1年生、2年生和7年生的黄芩存在显著性差异。根据测得黄酮类化合物的总含量结果, 发现3年生 > 7年生 > 1年生和2年生, 3年生的黄芩药材品质较好, 但在黄芩药材产区却以2~3年生黄芩为主, 推测因考虑到经济效益和产量, 为在保证质量的基础上, 大多产区选择种植2~3年生的黄芩。对河北省承德地区不同采收季节黄芩药材黄酮类化合物的含量测定结果显示, 春季采收的黄芩根部中野黄芩苷、黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素的含量高于秋季采收的黄芩, 春季采收的黄芩药材各黄酮总含量也高于秋季采收黄芩, 春季采收的黄芩药材质量较优, 这可为黄芩药材的采收季节提供一定的参考。

据2015版《中华人民共和国药典》规定的黄芩药材按干燥品计算, 含黄芩苷不得少于9.0%, 但在本研究中发现, 若以黄芩苷含量多少为标准评判药材质量的优劣, 不论在黄芩药材传统道地产区河北省承德市还是非道地产区山西省, 都存在一些样品不合格的现象, 这虽从侧面反映了黄芩药材存在的质量不均一的情况, 但以单一成分评价药材质量是否合理需要进一步的深入研究。因此为保证药材品质, 需要规范黄芩种植, 确定黄芩药材的最佳

采收年限和采收期,也需要更科学的方法评价黄芩药材的品质,本实验为此提供了一定的参考和科学依据。

参考文献

- [1] SHANG X F, HE X R, HE X Y, et al. The genus *Scutellaria* an ethnopharmacological and phytochemical review [J]. J Ethnopharmacol, 2010, 128(2): 279.
- [2] 何春年, 彭勇, 肖伟, 等. 黄芩地上部分与根部的化学成分比较研究[J]. 中国现代中药, 2011, 13(12): 32-35.
- [3] SCHINELLA G R, TOURNIER H A, PRIETO J M, et al. Antioxidant activity of anti-inflammatory plant extracts[J]. Life Sci, 2002, 70(9): 1023-1033.
- [4] WANG M H, LI L Z, SUN J B, et al. A new antioxidant flavone glycoside from *Scutellaria baicalensis* Georgi [J]. Nat Prod Res, 2014, 28(20): 1772-1776.
- [5] SHAN B, CAI Y Z, BROOKS J D, et al. The *in vitro* antibacterial activity of dietary spice and medicinal herb extracts[J]. Int J Food Microbiol, 2007, 117(1): 112-119.
- [6] LI B Q, FU T, YAO D, et al. Flavonoid baicalin inhibits HIV-1 infection at the level of viral entry[J]. Biochem Biophys Res Commun, 2000, 276(2): 534.
- [7] GAO J, MORGAN W A, SANCHEZ-MEDINA A, et al. The ethanol extract of *Scutellaria baicalensis* and the active compounds induce cell cycle arrest and apoptosis including up-regulation of p53 and Bax in human lung cancer cells[J]. Toxicol Appl Pharmacol, 2011, 254(3): 221-228.
- [8] SARALAMMA V V G, LEE H J, HONG G E, et al. Korean *Scutellaria baicalensis* Georgi flavonoid extract induces mitochondrially mediated apoptosis in human gastric cancer AGS cells[J]. Oncol Lett, 2017, 14(1): 607-614.
- [9] CHEN H J, LIANG T M, LEE I J, et al. Effect of *Scutellaria baicalensis* on hepatic stellate cells[J]. Planta Med, 2014, 80(10): 817-817.
- [10] KROLICZEWSKA B, GRACZYK S, KROLICZEWSKI J, et al. Investigation of the immune effects of *Scutellaria baicalensis* on blood leukocytes and selected organs of the chicken's lymphatic system[J]. J Anim Sci Biotechnol, 2017(8): 22.
- [11] 贾嵩, 申丹, 唐仕欢, 等. 含黄芩中成药用药规律分析[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(4): 634-639.
- [12] YAN B, XU W, SU S, et al. Comparative analysis of 15 chemical constituents in *Scutellaria baicalensis* stem-leaf from different regions in China by ultra-high performance liquid chromatography with triple quadrupole tandem mass spectrometry[J]. J Sep Sci, 2017, 40(18): 3570-3581.
- [13] 朱圣和. 中国药材商品学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1990.
- [14] 王雅芳, 李婷, 唐正海, 等. 中药黄芩的化学成分及药理研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2015, (1): 206-211.
- [15] 申洁. 黄芩地上部位质量评价研究及黄芩属药用亲缘学初探[D]. 北京: 北京协和医学院, 2018.
- [16] 李子. 黄芩的本草考证及道地产区分布与变迁的研究[D]. 北京: 中国中医科学院, 2010.

(收稿日期: 2018-09-26 编辑: 姚霞)