·实验研究·

基于感官特征结合灰色关联度法评价积雪草质量

刘付松[1],李尧尧[1],聂绪强[1],吴发明[1,2],谢　健[1]
(1 遵义医科大学,遵义 563003;2 贵州医科大学,省部共建药用植物功效与利用国家重点实验室,贵阳 550014)

[摘要] **目的**:结合感官特征与灰色关联度法对积雪草质量进行综合评价,以提高积雪草质量评价的可靠性及科学性。**方法**:采用生药学方法对不同产地积雪草进行性状、显微结构及薄层色谱等鉴别;参考《中华人民共和国药典》四部通则测定其杂质、水分、总灰分和浸出物含量;采用 HPLC 法对积雪草苷、羟基积雪草苷进行含量测定;采用灰色关联度法构建积雪草质量评价模型,计算其相对关联度。**结果**:不同产地积雪草的药材性状、显微结构差异不显著;薄层色谱均能检测出积雪草苷和羟基积雪草苷;杂质含量为 0.500% ~8.837%;水分含量为 4.899% ~6.423%;总灰分含量为 10.103% ~16.368%;浸出物含量为 28.100% ~38.311%;积雪草苷含量为 0.383% ~1.019%;羟基积雪草苷含量为 0.541% ~1.915%;综合杂质、水分、总灰分、浸出物、积雪草苷和羟基积雪草苷等因素,不同产地的 29 批积雪草存在质量差异,其相对关联度值的范围为 0.437 ~0.556,排名前 3 的样品为 S15,S8,S9,其中江西省吉安市峡江县产积雪草,测得的相对关联度较大,质量排序靠前,表明江西省吉安市峡江县产积雪草质量较佳。**结论**:通过感官特征结合灰色关联度法所建立的质量评价模型可用于不同产地积雪草的质量评价。

[关键词] 积雪草;灰色关联度;显微结构;薄层色谱;积雪草苷;羟基积雪草苷
[中图分类号] R917;R282.5　　[文献标志码] A　　[文章编号] 1003 -3734(2021)20 -1881 -09

Quality evaluation of *Centella asiatica* based on sensory characteristics and gray relational analysis

LIU FU-song[1], LI Yao-yao[1], NIE Xu-qiang[1], WU Fa-ming[1,2], XIE Jian[1]
(1 *Zunyi Medical University*, *Zunyi* 563003, *China*; 2 *State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants*, *Guizhou Medical University*, *Guiyang* 550014, *China*)

[**Abstract**] **Objective**: To comprehensively evaluate the quality of *Centella asiatica* by combining the sensory characteristics and gray relational analysis to improve the reliability and scientificity of the quality evaluation of *Centella asiatica*. **Methods**: The characteristics, microscopic structure and thin layer chromatography of *Centella asiatica* were identified by pharmacognosy methods; the impurity, moisture, total ash and extract content were determined with reference to the fourth general rule of the Chinese Pharmacopoeia; HPLC method was used to determine the contents of impurities, moisture, total ash and extracts of *Centella asiatica*. The contents of asiaticoside and madecassoside were determined; the gray relational analysis was used to construct the quality evaluation model of *Centella asiatica*, and the relative degree of correlation was calculated. **Results**: There were no significant differences in the characteristics and microscopic structure of *Centella asiatica* from different producing areas; thin layer chromatography could detect both asiaticoside and madecassoside; the impurity content was 0.500% ~8.837%; the moisture content was 4.899% ~6.423%; the total ash content was 10.103% ~16.368%; the extract content was 28.100% ~38.311%; the asiaticoside content was 0.383% ~1.019%; the madecassoside content was 0.541% ~1.915%. Combined with various factors such as impurities, moisture, total ash, extract, asiaticoside and madecassoside, it

[基金项目] 国家自然科学基金资助项目(81560712);国家重点实验室开放课题资助项目(黔科合平台人才[2017]5101)
[作者简介] 刘付松,男,硕士研究生,主要从事中药品种、质量及资源研究。E-mail:1271985629@qq.com。
[通讯作者] 吴发明,男,硕士生导师,副教授,主要从事中药品种、质量及资源研究。E-mail:zunyiwufaming@163.com。谢健,男,硕士生导师,副教授,主要从事中药资源开发与利用研究。E-mail:565258711@qq.com。

was indicated that the 29 batches of *Centella asiatica* from different producing areas had quality differences and their relative correlations degree values were in the range of 0.437 ~ 0.556. The top 3 samples are S15, S8, and S9, *Centella asiatica* produced in Xiajiang county, Ji'an city, Jiangxi province, the measured relative degree of correlation is larger, and the quality ranking is higher, indicating that the quality of *Centella asiatica* produced in Xiajiang county, Ji'an city, Jiangxi province is better. **Conclusion**: The quality evaluation model established by the sensory characteristics combined with gray relational analysis can be used for the quality evaluation of *Centella asiatica* from different producing areas.

[**Key words**] *Centella asiatica*; gray relational analysis; microscopic structure; thin layer chromatography; asiaticoside; madecassoside

积雪草为伞形科植物积雪草[*Centella asiatica* (L.) Urban.]的干燥全草[1],始记载于《神农本草经》,别名铜钱草、马蹄草、钱齿草、崩大碗等;具有清热利湿、解毒消肿的作用,用于湿热黄疸、中暑腹泻、石淋血淋、痈肿疮毒、跌扑损伤等[2]。积雪草中主要成分是积雪草苷、羟基积雪草苷,现代药理学研究证明具有抗肿瘤、抗溃疡、促创伤愈合等方面的药理作用[3]。目前积雪草的质量评价多采用传统经验鉴别、化学模式识别及药材指纹图谱的方法。基于中药材性状的商品规格等级标准对市场有指导作用,但也有一定的局限性。灰色关联分析主要研究系统模型不明确、运行机制不清楚及行为信息不完全系统的建模等问题,该方法主要用于系统预测、优化设计等方面,近年来在中药研究中的应用也有报道[4-5]。本研究首次采用以积雪草药材性状、显微结构及薄层色谱为感官特征结合灰色关联度法构建评价积雪草质量的模型,以提高积雪草质量评价的可靠性及科学性。

材料与方法

1 仪器

SHB-IIIA 型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司);JA1002 型电子天平(上海浦春计量仪器有限公司);BSY-200T 型高速多功能粉碎机(铂欧五金厂);UB102i 型正置生物显微镜(重庆奥浦光电技术有限公司);101-4A 型电热恒温鼓风干燥器(北京中兴伟业仪器有限公司);SX-5-12 型箱式电阻炉(北京中兴伟业仪器有限公司);KSW-6-16 型电炉温度控制器(北京中兴伟业仪器有限公司);Agilent-1260-DAD-RID 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司)。

2 试药和试剂

对照品积雪草苷(四川省维克奇生物科技有限公司,CAS:16830-15-2,规格:20 mg,纯度:HPLC≥98%)、羟基积雪草苷(四川省维克奇生物科技有限公司,CAS:34540-22-2,规格:20 mg,纯度:HPLC≥98%)。

实验用积雪草样品分别来自海南、云南、四川、浙江、广西、湖北、江苏、安徽、江西、湖南、河南、陕西、福建、贵州共 14 个产地的 29 批积雪草药材样品,样品信息见表 1。经遵义医科大学药学院生药学教研室聂绪强副教授鉴定为伞形科积雪草的干燥全草或带根全草。

表 1 积雪草产地信息

序号	产地	编号
S1	海南省万宁市南桥镇	HWN
S2	云南省西双版纳市	YX
S3	河南省驻马店市西平县	HZX
S4	四川省凉山州冕宁县	SLM
S5	浙江省嘉兴市桐乡	ZJT
S6	四川省泸州市合江县	SLH
S7	广西壮族自治区防城港市	GF
S8	湖北省恩施市建始县	HEJ
S9	湖北省黄冈市蕲春县	HHJ
S10	江苏省镇江市丹阳市	JZD
S11	四川省巴中市通江县	SBT
S12	安徽省芜湖市繁昌县	AWF
S13	湖北省十堰市竹山县	HSZ
S14	江西省新余市分宜县	JXY
S15	江西省吉安市峡江县	JJX
S16	湖南省永州市江华瑶族自治县	HYJ
S17	河南省南阳市西峡县	HNX
S18	陕西省安康市石泉县	SAS
S19	陕西省汉中市镇巴县	SHZ
S20	福建省漳州市绍安县	HZS
S21	福建省漳州市长泰县武安镇	HZC
S22	湖北省襄阳市保康县过渡湾镇	HXB
S23	湖北省荆州市监利县荒湖农场	HJJ
S24	广西壮族自治区贺州市平桂区	GHP
S25	云南省迪庆自治州德庆县	YDD
S26	云南省临沧市镇康县	YLZ
S27	江苏省淮安市清江浦区	JHJ
S28	陕西省咸阳市长武县马寨乡	SXC
S29	贵州省遵义市正安县小雅镇	GZZ

3 药材性状、显微结构及薄层色谱

按照《中华人民共和国药典》2020 年版一部，积雪草项下性状及鉴别对积雪草进行的性状描述及显微和薄层色谱的鉴别[1]，并进行人工主观评价积雪草感官特征。

4 杂质、水分、总灰分及浸出物测定

杂质的鉴别参考《中华人民共和国药典》2020 年版一部，通过形态学方法鉴定[1]；水分、总灰分、水浸出物（热浸法）按照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则进行测定[6]。

5 HPLC 法测定有效成分含量

5.1 色谱条件 色谱柱为 Kromasil100-5-C_{18} 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；进样量：10 μL；柱温：30 ℃；流速：1.0 mL·min^{-1}；检测波长 205 nm；流动相：水（A）、乙腈（B）；梯度洗脱（0～10 min，5% B；10～12 min，10% B～16% B；12～55 min，16% B～68% B；55～67 min，68% B～95% B）。

5.2 混合对照品溶液制备 精密称定积雪草苷、羟基积雪草苷，加甲醇，超声溶解配制成质量浓度分别为 0.198 和 0.201 mg·mL^{-1} 混合对照品溶液。

5.3 样品溶液制备 分别称取积雪草药材粉末约（过 4 号筛）1.0 g，精密称定，置于 50 mL 干燥的具塞锥形瓶中，精密加入 10 mL 甲醇，密塞，称定重量，浸泡 60 min，再超声 30 min，放冷，称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，滤液即为积雪草药材供试品溶液。

6 灰色关联分析

灰色关联分析是多种因素统计分析的一类方法，它是以各因素的样本数据为依据，用灰色关联度来衡量各因素间关联性大小[7]。

6.1 参考序列的选择 设有 n 个研究样品，每个样品有 m 项评价指标，组成评价单元序列，记为 X_{ij}（$i=1,2,3,\cdots,n$；$j=1,2,3\cdots,m$；该研究中 $n=29$，$m=6$）。为统一评价标准，采用将低优指标高优化的方法。该实验将总灰分、水分、杂质含量进行取倒数转换，与积雪草苷、羟基积雪草苷、浸出物含量指标共同构成指标矩阵。评价指标统一后，将最优参考序列的各项指标对应 n 个样品对应指标的最大值，记为 $\{X_{sj}\}=\max(1\leqslant i\leqslant n)\{X_{ij}\}$，最差参考序列的各项指标对应 n 个样品对应指标的最小值，记为 $\{X_{tj}\}=\min(1\leqslant i\leqslant n)\{X_{ij}\}$。

6.2 原始数据规格化处理 若原始数据纲量不统一，则需对其进行变换处理。以均值化变换最为常用，见公式（1）。

$$Y_{ij}=\frac{X_{ij}}{X_j} \qquad \text{公式（1）}$$

式中，Y_{ij} 为规格化处理后数据，X_{ij} 为原始数据，为 X_j 第 m 个药材样品的第 j 个指标的均值。

6.3 关联系数计算 相对于最优参考序列和最差参考序列的关联系数分别按公式（2）和公式（3）计算。

$$\zeta^{i}_{j(s)}=\frac{\Delta_{\min}+\rho\Delta_{\max}}{|Y_{ij}-Y_{sj}|+\rho\Delta_{\max}} \qquad \text{公式（2）}$$

$$\zeta^{i}_{j(t)}=\frac{\Delta'_{\min}+\rho\Delta'_{\max}}{|Y_{ij}-Y_{tj}|+\rho\Delta'_{\max}} \qquad \text{公式（3）}$$

式中，$\Delta_{\min}=\min|Y_{ij}-Y_{sj}|$，$\Delta_{\max}=\max|Y_{ij}-Y_{sj}|$；$\Delta'_{\min}=\min|Y_{ij}-Y_{sj}|$，$\Delta'_{\max}=\max|Y_{ij}-Y_{tj}|$；$i=1,2,3,\cdots,n$；$j=1,2,3\cdots,m$；该研究中 $n=29$，$m=6$；ρ 为分辨系数，取值为 0.5。

6.4 关联度的计算 相对于最优参考序列和最差参考序列的关联度分别按公式（4）和公式（5）计算。

$$r_{i(s)}=\frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n}\zeta^{i}_{j(s)} \qquad \text{公式（4）}$$

$$r_{i(t)}=\frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n}\zeta^{i}_{j(t)} \qquad \text{公式（5）}$$

6.5 相对关联度的计算 最佳评价单元是该评价单元与最优参考序列关联程度最大而同时与最差参考序列的关联程度最小者，由此将评价单元序列同时相对于最优参考序列和最差参考序列的相对关联度定义为公式（6），式中 $i=1,2,3,\cdots,n$。

$$r_i=\frac{r_{i(s)}}{r_{i(s)}+r_{i(t)}} \qquad \text{公式（6）}$$

结　果

1 不同产地积雪草的性状感官特征

干燥全草多皱缩成团，部分样品因为储藏不当呈破碎散落，质脆易碎。根圆柱形，表面灰黄色至黄褐色。匍匐茎细长弯曲，黄棕色或淡黄色，有细纵皱纹，节上常着生须状根和根茎。叶片多皱缩、破碎，完整者展平后呈近圆形或肾形，灰黑色，边缘有粗锯齿。叶柄常扭曲。伞形花序腋生，短小。双悬果扁圆形，有明显隆起的纵棱及细网纹，气特异，味微辛。对不同产地积雪草进行性状鉴别，主要鉴别要点见表 2 和图 1。

表 2 不同产地积雪草性状

编号	形状	根	叶	茎	果实	气味	质地
S1	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S2	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S3	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S4	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S5	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S6	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S7	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S8	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S9	破碎散落	无	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	无	气特异，味微辛	质脆易碎
S10	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	无	气特异，味微辛	质脆易碎
S11	破碎散落	无	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	无	气特异，味微辛	质脆易碎
S12	破碎散落	无	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S13	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S14	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S15	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S16	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S17	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S18	皱缩成团	灰黄色或黄褐色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S19	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S20	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S21	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S22	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡紫色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S23	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S24	破碎散落	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎
S25	皱缩成团	灰黄色，圆柱形	灰黑色，近圆形或肾形，边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色，弯曲细长	双悬果，扁圆形，果梗细短	气特异，味微辛	质脆易碎

续表 2

编号	形状	根	叶	茎	果实	气味	质地
S26	破碎散落	灰黄色,圆柱形	灰黑色,近圆形或肾形,边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色,弯曲细长	无	气特异,味微辛	质脆易碎
S27	破碎散落	无	灰黑色,近圆形或肾形,边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色,弯曲细长	双悬果,扁圆形,果梗细短	气特异,味微辛	质脆易碎
S28	破碎散落	灰黄色,圆柱形	灰黑色,近圆形或肾形,边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色,弯曲细长	双悬果,扁圆形,果梗细短	气特异,味微辛	质脆易碎
S29	皱缩成团	灰黄色,圆柱形	灰黑色,近圆形或肾形,边缘有粗锯齿	黄棕色或淡黄色,弯曲细长	双悬果,扁圆形,果梗细短	气特异,味微辛	质脆易碎

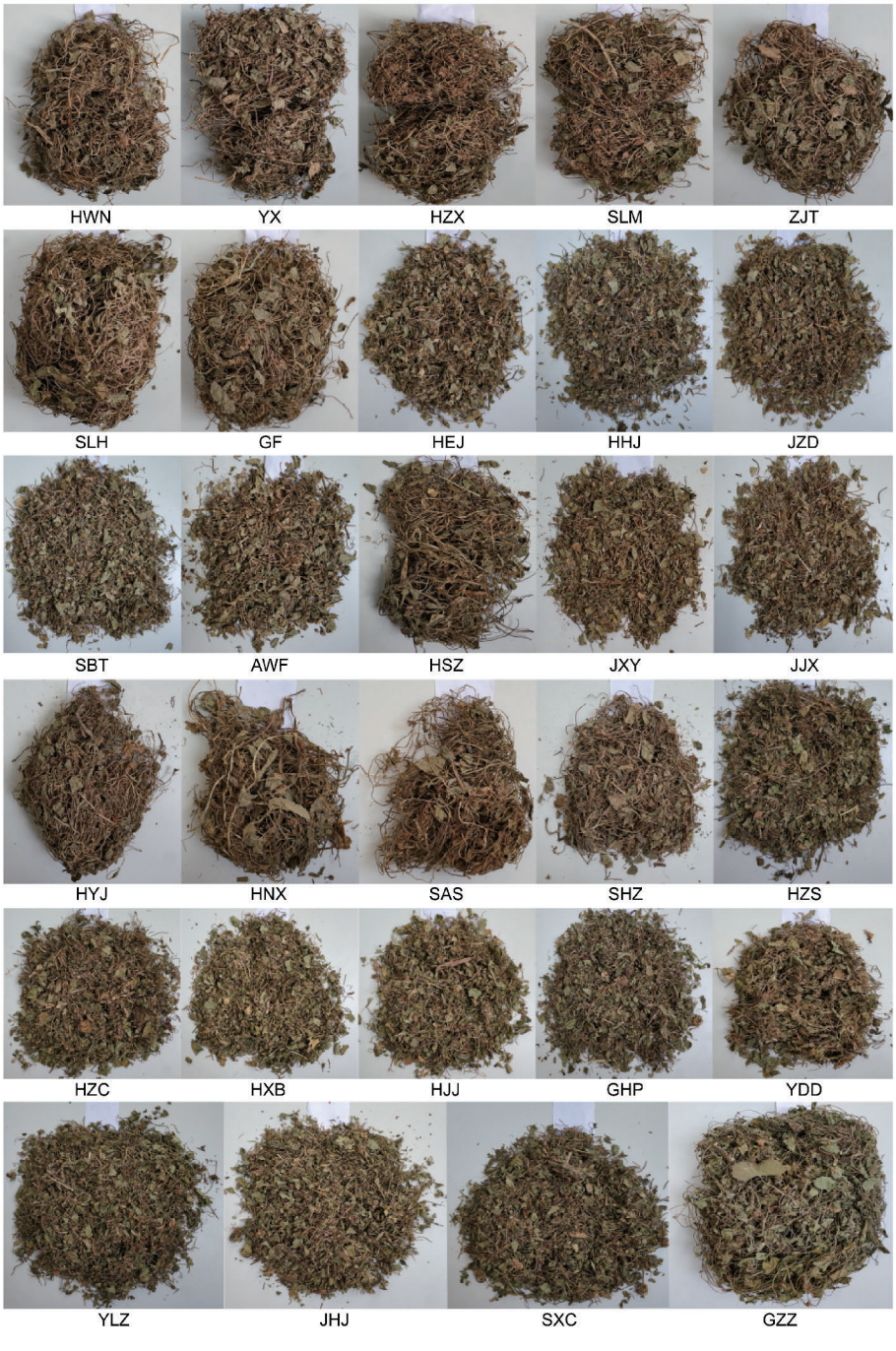


图 1 积雪草药材性状特征

2 显微结构观察结果

2.1 叶片上下表面特征 叶的表面主要有植物气孔，是控制水分和气体交换的重要通道，与植物的光合作用、呼吸作用和蒸腾作用等密切相关[8]。气孔长度和密度对温度、CO_2 浓度、降水、光照等环境因素的变化十分敏感[9-11]。29 批不同产地积雪草上表皮细胞形状不规则，呈长方形或多边形，排列紧密，细胞垂周壁较平直；上下表皮均有气孔，呈平轴式或直轴式，但上表皮气孔数目远远少于下表皮；护卫细胞均为 2 ~ 4 个，见图 2 和图 3。

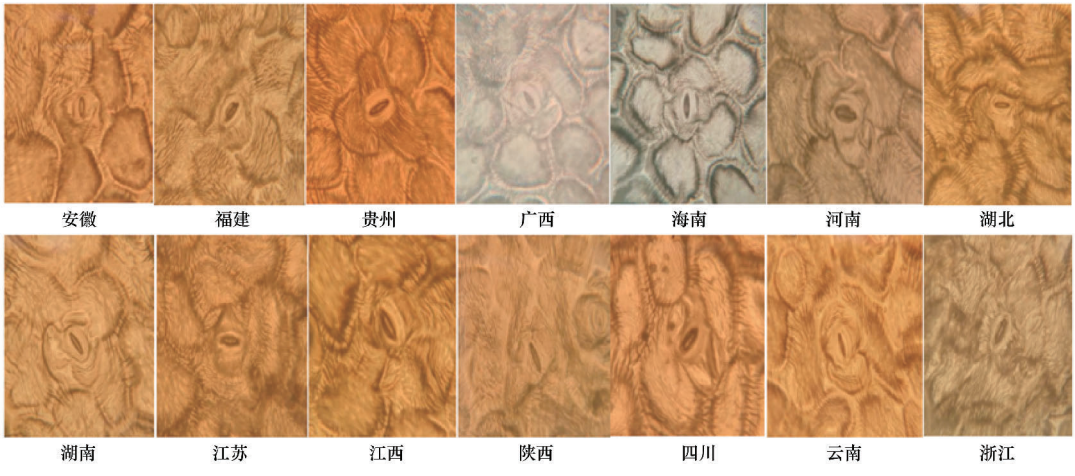


图 2 不同产地积雪草上表皮气孔（×1 000）

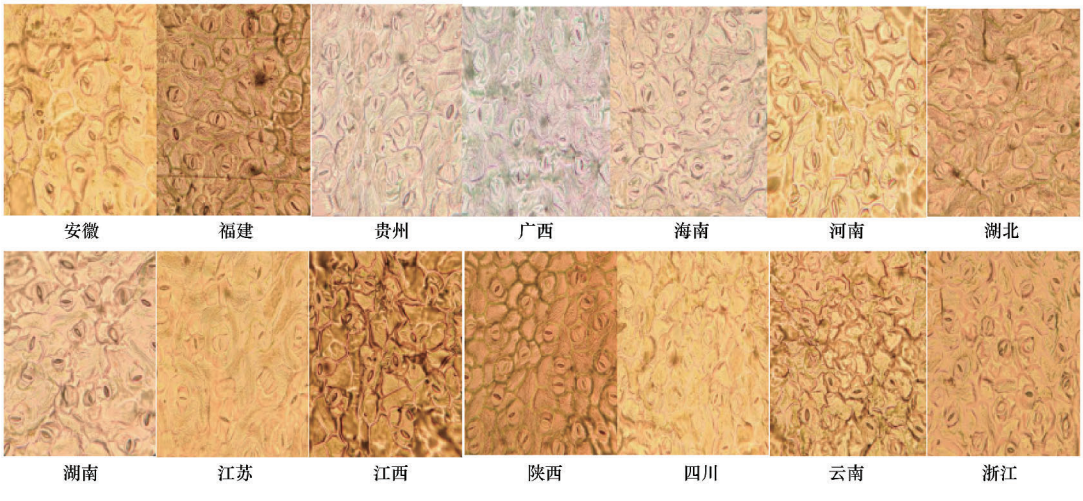
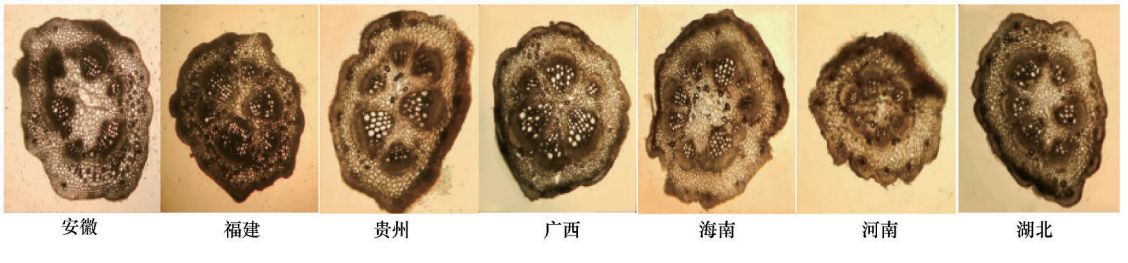


图 3 不同产地积雪草下表皮气孔（×400）

2.2 茎横切图 表皮细胞壁微栓化，细胞长方形或多边形，大小较均匀，排列紧密，细胞壁角质化。皮层由 4 ~ 10 列薄壁细胞组成，细胞椭圆形、类圆形或多边形，大小不均匀，排列较疏松，皮层外侧的薄壁细胞含淀粉粒，皮层内侧淀粉粒少见。皮层中有散在的分泌道。6 ~ 9 个外韧型维管束成环状排列；韧皮部外侧为微木化的纤维群，束内形成层明显，木质部导管径向排列。髓明显，髓射线由类圆形薄壁细胞组成。皮层和射线中可见分泌道，周围分泌细胞 5 ~ 7 个，见图 4。



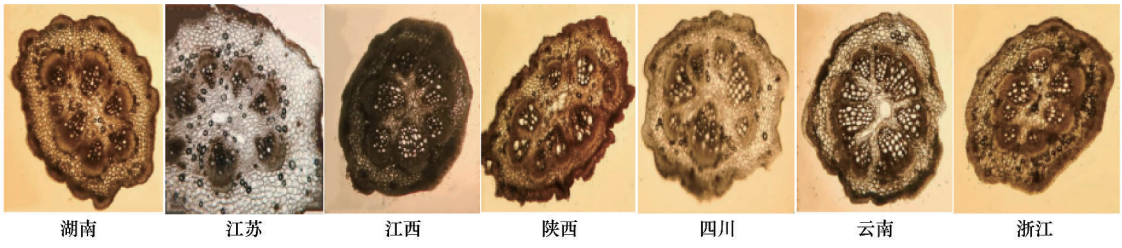
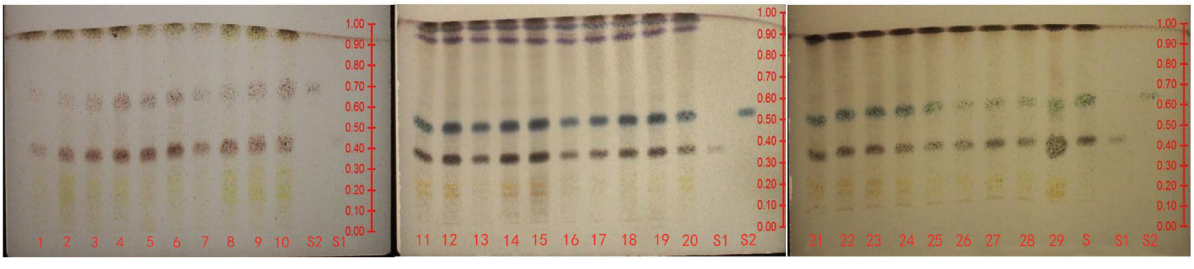


图 4 不同产地积雪草茎横切图(×400)

3 薄层色谱鉴别结果

由图 5 可见,在积雪草的薄层色谱图中,积雪草苷、羟基积雪草苷 2 种成分的斑点清晰,分离度好。供试品与各对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。不同产地的样品斑点深浅不一,斑点特征可反映不同产地药材的质量差异。表明不同产地的质量存在差异,可能与采收加工等因素的不同有关。



S1:对照品羟基积雪草苷;S2:对照品积雪草苷;1~29:积雪草样品

图 5 不同产地积雪草薄层色谱图

4 杂质含量

药材杂质指的是药材中所夹杂的不纯成分,药材中混有的杂质主要有以下几类物质:① 与规定相同,但其性状或部位与规定不符。② 与规定不同的有机质。③ 无机杂质,如沙石、泥块、尘土等。总体来说,药材中杂质主要来源于三方面:① 植物的非药用部分。② 药材在采收、加工、晾晒、运输、保管等过程中混入的异物。③ 人为进行掺假[12-13]。29 批积雪草中杂质含量为 0.500%~8.837%,均值为 3.154%,其中样品 S19 的杂质含量最高,S15 的杂质含量最低。29 批积雪草药材杂质含量详见表 3。

表 3 不同产地积雪草药材有效成分含量 %

序号	含量测定						序号	含量测定					
	杂质含量	总灰分	水分	浸出物	积雪草苷	羟基积雪草苷		杂质含量	总灰分	水分	浸出物	积雪草苷	羟基积雪草苷
S1	2.058	14.644	6.278	29.630	0.503	0.706	S16	6.722	15.273	5.991	33.935	0.383	0.541
S2	0.889	12.010	6.423	37.551	0.786	1.064	S17	1.931	16.368	6.371	29.048	0.546	0.826
S3	5.318	15.391	5.409	32.516	0.552	0.670	S18	3.176	13.752	6.383	32.997	0.788	1.146
S4	4.187	12.896	5.526	36.402	0.791	1.138	S19	8.837	11.653	5.762	33.883	1.009	1.673
S5	7.932	15.032	4.899	32.760	0.533	0.715	S20	1.907	11.697	5.848	29.245	0.570	0.828
S6	0.709	13.941	5.123	28.557	0.667	0.777	S21	4.301	11.044	6.360	28.100	0.480	0.836
S7	4.310	14.541	5.342	35.688	0.391	0.584	S22	4.473	11.831	6.031	31.714	0.554	0.925
S8	0.538	10.924	5.026	37.159	0.883	1.570	S23	7.180	11.714	5.571	29.789	0.573	0.907
S9	0.630	11.083	6.010	35.190	0.859	1.614	S24	4.304	12.537	5.442	29.834	0.516	0.843
S10	1.000	10.103	5.199	36.555	0.744	1.353	S25	2.902	11.728	5.218	34.004	0.615	0.934
S11	1.035	10.687	5.112	32.672	0.847	1.491	S26	2.182	12.867	5.194	29.767	0.486	0.861
S12	2.982	11.342	5.824	38.311	1.019	1.915	S27	1.033	14.667	5.576	31.063	0.480	0.797
S13	6.511	14.030	6.074	37.467	0.657	1.025	S28	1.372	13.653	5.579	28.961	0.489	0.853
S14	1.528	11.116	5.480	35.638	0.946	1.793	S29	1.021	10.851	4.923	29.315	0.845	0.653
S15	0.500	10.501	5.028	37.115	0.866	1.586							

5 水分、总灰分、浸出物检测

水分、总灰分和浸出物是控制中药材质量的重要理化参数[14],药材因其产地、加工方法、贮藏条件不同,水分、总灰分和浸出物结果也不尽相同。由表 3 可知,不同产地积雪草药材所含的水分、总灰分和浸出物存在着明显的差异。29 批积雪草样品的水分含量为 4.899% ~6.423%,均值为 5.621%,其中样品 S5 的最低,S2 的最高。总灰分含量为 10.103% ~16.368%,均值为 12.685%,其中样品 S10 的最低,S17 的最高。浸出物含量为 28.100% ~38.311%,均值为 32.926%,其中样品 S21 的最低,S12 的最高。不同产地的积雪草药材的水分、浸出物均能达到《中华人民共和国药典》2020 年版限量标准。29 批积雪草样品中有 11 批样品的总灰分含量不符合《中华人民共和国药典》2020 年版中积雪草药材总灰分规定,高于 13.000%;11 批积雪草总灰分含量超过《中华人民共和国药典》2020 年版规定的正常范围,表明积雪草药材可能在生产、加工、贮运过程中受到污染。

6 积雪草苷、羟基积雪草苷含量测定

由表 3 可见,29 批不同产地积雪草均含有积雪草苷和羟基积雪草苷,积雪草苷含量为 0.383% ~1.019%,均值为 0.668%;羟基积雪草苷含量为 0.541% ~1.915%,均值为 1.056%。其中,样品 S16 积雪草中积雪草苷、羟基积雪草苷含量最低,分别为 0.383% 和 0.541%,样品 S12 积雪草苷、羟基积雪草苷含量最高,分别为 1.012% 和 1.915%。

7 灰色关联度分析结果

采用 Excel 对积雪草药材中指标性成分的含量(杂质、水分、总灰分、浸出物、积雪草苷、羟基积雪草苷)进行灰色关联分析得到不同产地样品的相关度,结果见表 4,相对关联度越大,表明该产地积雪草药材的质量评价越高,排序结果可作为药材质量高低评价的依据。由表 4 可知,29 批积雪草样品的相对关联度为 0.437 ~0.556,其中有 10 批样品的相对关联度 >0.50,1 批样品的相对关联度 <0.45,表明不同产地积雪草药材的质量存在着差异。S15,S8 和 S9 的相对关联系数分别为 0.556,0.553 和 0.536,排名前 3 位,质量较好;S1,S7 和 S16 的相对关联系数分别为 0.456,0.453 和 0.437,排名后 3 位,质量较差。收集的样品质量有一定的差异,可能与药材的地理环境、生长环境等有关。

表 4 不同产地积雪草关联度与相对关联度及质量排序

序号	关联度			质量排序	序号	关联度			质量排序
	最优	最差	相对关联度			最优	最差	相对关联度	
S15	0.795	0.635	0.556	1	S13	0.757	0.839	0.474	16
S8	0.794	0.641	0.553	2	S26	0.750	0.836	0.473	17
S9	0.782	0.677	0.536	3	S28	0.747	0.833	0.473	18
S14	0.786	0.692	0.532	4	S27	0.746	0.836	0.472	19
S10	0.782	0.688	0.532	5	S22	0.751	0.850	0.469	20
S11	0.782	0.690	0.531	6	S23	0.753	0.858	0.467	21
S12	0.790	0.714	0.525	7	S24	0.749	0.861	0.465	22
S2	0.770	0.735	0.512	8	S3	0.749	0.880	0.460	23
S29	0.774	0.757	0.506	9	S5	0.750	0.882	0.460	24
S19	0.781	0.770	0.504	10	S21	0.745	0.882	0.458	25
S6	0.759	0.779	0.494	11	S17	0.739	0.879	0.457	26
S4	0.768	0.793	0.492	12	S1	0.740	0.883	0.456	27
S25	0.762	0.798	0.488	13	S7	0.745	0.901	0.453	28
S18	0.759	0.815	0.482	14	S16	0.737	0.948	0.437	29
S20	0.752	0.827	0.476	15					

讨　论

中药材的质量是药品安全性和有效性的保障,影响中药材质量的因素很多,如外观性状、遗传基因、化学成分、生物活性等,近来研究多采用多指标结合数学分析的方法评价和控制中药材质量[15-16]。本研究首次采用感官特征结合灰色关联度法对积雪草质量进行综合评价,与其他研究不同的是,考虑到

不同特征指标对积雪草药材质量正、反向影响的效果，避免了只考虑对质量单向影响因素的缺陷，从而能够全面评价积雪草的质量优劣。

实验结果表明，不同产地 29 批积雪草药材性状存在一定的相似性，无明显差别。通过薄层色谱能检测出 29 批积雪草样品均含有积雪草苷及羟基积雪草苷，颜色深浅可以粗略判断其中含量差异。29 批积雪草中杂质含量差异较大，可能是药材在采收、加工、晾晒、运输、保管等过程中混入的异物或是人为掺假。不同产地的积雪草药材的水分、浸出物达到《中华人民共和国药典》2020 年版限量标准。29 批积雪草样品中有 11 批积雪草总灰分含量超过规定的正常范围，表明积雪草药材可能与产地环境、生产方式有关，以及在生产时加工、贮运过程中受到污染有关。为了进一步研究积雪草样品质量差异，对不同产地积雪草质量进行综合评价，通过构建灰色关联度模型，对 29 批积雪草样品进行相对关联度计算并进行综合质量排序，以期更客观地评价积雪草质量差异。评价结果表明，样品 S15，S8 和 S9 质量较佳，可作为优良种源进行进一步深入研究。样品 S1，S7，S16 质量较差，其质量差异可能与药材的土壤特性、生长环境和地理位置有关。

综上所述，产地是积雪草药材质量形成的主要因素，根据特定功效选择适宜产区的积雪草，是目前临床用药的需求，也是中药质量控制的目标。由于积雪草成分众多、质量参差不齐、综合评价方法不完善，本研究利用感官指标结合灰色关联分析方法，客观地反映了积雪草药材的质量，为积雪草药材的综合质量评价提供了新思路，以提高积雪草质量评价的可靠性及科学性。

[参 考 文 献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2020 年版. 一部. 北京：中国医药科技出版社，2020：296.

[2] 谢宗万. 汉拉英对照中药材正名词典[M]. 北京：北京科学技术出版社，2004：654.

[3] 赵良辰，李晶，陈婷，等. 积雪草药理研究及抗肿瘤等临床应用[J]. 中医肿瘤学杂志，2019，1(2)：84－88.

[4] 徐珍珍，史星星，樊旭蕾，等. 基于灰色关联度法和 FCM 算法的木香质量评价研究[J]. 中草药，2018，49(24)：5916－5922.

[5] HUA YJ，WANG SN，CHAI C，*et al*. Quality evaluation of pseudostellariae Radix based on simultaneous determination of multiple bioactive components combined with grey relational analysis[J]. *Molecules*，2016，22(1)：13.

[6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2020 年版. 四部. 北京：中国医药科技出版社，2020：102，166，171.

[7] 王学萌，张继忠，王荣. 灰色系统分析及实用计算程序[M]. 武汉：华中科技大学出版社，2001：8.

[8] 叶庆华，曾庆，陈振端. 植物生物学[M]. 厦门：厦门大学出版社，2002：99－100.

[9] 杨惠敏，王根轩. 干旱和 CO_2 浓度升高对干旱区春小麦气孔密度及分布的影响[J]. 植物生态学报，2001，25(3)：312－316.

[10] 蔡志全，齐欣，曹坤芳. 七种热带雨林树苗叶片气孔特征及其可塑性对不同光照强度的响应[J]. 应用生态学报，2004，15(2)：201－204.

[11] 张立荣，牛海山，汪诗平，等. 增温与放牧对矮嵩草草甸 4 种植物气孔密度和气孔长度的影响[J]. 生态学报，2010，30(24)：6961－6969.

[12] 田立青. 对中药材、中药饮片杂质检查问题的探讨[J]. 医学信息(上旬刊)，2010，23(8)：2957.

[13] 郑朝霞. 中药材杂质检查问题探究[J]. 中国中医药现代远程教育，2013，11(4)：116－117.

[14] 刘菲，徐作英，严伟，等. 三台县川产道地药材-麦冬的水分、总灰分和浸出物含量的测定[J]. 内江师范学院学报，2011，26(10)：42－44.

[15] WANG SN，HUA YJ，ZOU LS，*et al*. Comparison of chemical constituents in scrophulariae radix processed by different methods based on UFLC-MS combined with multivariate statistical analysis[J]. *J Chromatogr Sci*，2018，56(2)：122－130.

[16] WANG SN，HUA YJ，XU L，*et al*. Quality evaluation of scrophulariae radix processed by different ‘sweating’ methods based on simultaneous determination of multiple bioactive constituents combined with grey relational analysis[J]. *Molecules*，2016，21(7)：850.

编辑：刘卓越/接受日期：2021－05－07