

周瑶瑶, 张晓元, 陈雄, 等. 小果蔷薇不同采收时期叶和茎中主要活性成分的变化 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(2): 220–226. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023020208

ZHOU Yaoyao, ZHANG Xiaoyuan, CHEN Xiong, et al. Changes of Main Active Components in Leaf and Stem of *Rosa cymosa* Tratt. at Different Harvesting Periods[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(2): 220–226. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023020208

· 分析检测 ·

小果蔷薇不同采收时期叶和茎中主要活性成分的变化

周瑶瑶^{1,2}, 张晓元^{2,3,*}, 陈雄², 罗韶刚², 曾令杰^{1,*}

(1. 广东药科大学中药学院, 广东广州 510006;

2. 韶关市华工高新技术产业研究院, 广东韶关 512027;

3. 华南理工大学工业技术研究总院, 广东广州 510640)

摘要:目的: 探索一年中不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖、总有机酸、鞣花酸的含量变化情况, 为其质量控制和适宜采收期的确定提供实验依据。方法: 于 2021 年的 2 月至 12 月采集小果蔷薇的茎和叶的样品, 每月采集 1 次。样品阴干后, 分别采用紫外分光光度法测定其总多糖和总有机酸含量, 用高效液相色谱法测定其鞣花酸含量。同时采用聚类分析和主成分分析对不同采收时期的叶和茎进行综合评价。结果: 叶和茎中总多糖、总有机酸、鞣花酸的含量在一年中呈现一定的波动趋势。叶中总多糖含量在 7 月 ($22.689 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 和 8 月 ($23.164 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 达到较高水平; 总有机酸在 2 月 ($111.484 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、6 月 ($113.342 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、8 月 ($102.425 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 含量最高; 鞣花酸在 4 月 ($0.074 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、6 月 ($0.077 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 和 8 月 ($0.074 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 含量最高。茎中总多糖含量在 2 月 ($15.650 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 达到较高水平; 总有机酸在 5 月 ($171.123 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、9 月 ($178.960 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、2 月 ($125.393 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 含量最高; 鞣花酸在 2 月 ($0.037 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)、4 月 ($0.038 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) 含量显著高于其他月份采收的样品。根据聚类分析将叶和茎各分为 3 类, 与主成分分析基本一致。经主成分分析, 叶和茎累计贡献率分别达到 77.067% 和 82.970%。结果表明叶在 8 月采收和茎在 2 月采收的综合评价最高。结论: 研究认为小果蔷薇叶和茎的最适采收时期分别为 8 月份和 2 月份。该研究结果可为小果蔷薇的采收及其质量评价等提供参考。

关键词: 小果蔷薇, 总多糖, 总有机酸, 鞣花酸, 聚类分析, 主成分分析

中图分类号: TS218

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2024)02-0220-07

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023020208



本文网刊:

Changes of Main Active Components in Leaf and Stem of *Rosa cymosa* Tratt. at Different Harvesting Periods

ZHOU Yaoyao^{1,2}, ZHANG Xiaoyuan^{2,3,*}, CHEN Xiong², LUO Shaogang², ZENG Lingjie^{1,*}

(1. School of Chinese Medicine, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China;

2. Research Institute of Shaoguan Huagong High-tech Industry, Shaoguan 512027, China;

3. Industrial Technology Research Institute, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: Objective: In order to control the herbal quality and select the optimal harvesting period of *Rosa cymosa* Tratt., the contents of total polysaccharide, total organic acid and ellagic acid in its leaves and stems at different harvesting periods within one year were studied in this paper. Methods: The samples of leaf or stem were collected monthly from February to December in 2021, and dried in the room temperature, then, their total polysaccharides, total organic acids, and ellagic acids

收稿日期: 2023-02-22 +并列第一作者

基金项目: 广东省科技计划项目 (200729176271266); 工业和信息化部中央财政中小企业发展专项 (粤财工 [2020] 105 号)。

作者简介: 周瑶瑶 (1995-), 女, 硕士, 研究方向: 中药质量分析与评价, E-mail: 790008593@qq.com。

作者简介/通信作者*: 张晓元 (1964-), 男, 博士, 高级工程师, 研究方向: 天然产物应用开发、质量研究, E-mail: xyzh@scut.edu.cn。

* 通信作者: 曾令杰 (1970-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 中药材 GAP 种植与中药质量研究, E-mail: zlj334477@aliyun.com。

were determined through UV spectrophotometry and high performance liquid chromatography (HPLC), respectively. At the same time, the quality of leaves and stems at differenet harvesting periods were comprehensively evaluated by cluster analysis and principal component analysis. Results: The contents of total polysaccharide, total organic acid and ellagic acid in its leaves and stems showed some fluctuations throughout the year. The contents of polysaccharide in leaves reached higher levels in July (22.689 mg·g⁻¹ and August (23.164 mg·g⁻¹). The content of total organic acids were highest in February (111.484 mg·g⁻¹), June (113.342 mg·g⁻¹), and August (102.425 mg·g⁻¹). The highest levels of ellagic acid were found in April (0.074 mg·g⁻¹), June (0.077 mg·g⁻¹) and August (0.074 mg·g⁻¹). The contents of total polysaccharide in the stems were higher in February (15.650 mg·g⁻¹). The content of total organic acids were highest in May (171.123 mg·g⁻¹), September (178.960 mg·g⁻¹), and February (125.393 mg·g⁻¹). The contents of ellagic acid were significantly higher in February (0.037 mg·g⁻¹) and April (0.038 mg·g⁻¹) than those in stems harvested correspondingly in other months. The leaves and stems were divided into 3 categories according to cluster analysis, which was basically consistent with principal component analysis. By principal component analysis, the cumulative contribution rates of leaves and stems reached 77.067% and 82.970%, respectively. The results showed that the comprehensive evaluation of leaves harvested in August and stems harvested in February was the highest. Conclusion: Therefore, the comprehensive analysis determined that the appropriate harvesting period for *Rosa cymosa* Tratt. was August for leaves and February for stems. The results of this study could provide some references for the quality evaluation and harvest research of *Rosa cymosa* Tratt.

Key words: *Rosa cymosa* tratt.; total polysaccharides; total organic acids; ellagic acid; cluster analysis; principal component analysis

小果蔷薇为蔷薇科蔷薇属(*Rosa cymosa* Tratt.)的植物,别名小金樱、金樱根、倒钩筋、红荆藤、山木香等^[1]。在我国广泛分布,其资源非常丰富^[2]。小果蔷薇具有很高的药用价值,可用于治疗创伤、止泻、萎缩性胃炎、子宫脱垂等^[3-7],同时,小果蔷薇也具有一定食用价值,被开发用于健脾开胃的甜酒曲、米酒酒曲等^[8],其果实被广泛用于保健品的天然植物果实,其富含维生素、还原糖、粗蛋白和几种矿质元素,具有很高的营养价值^[9],可熬糖、制汁等^[10],在一些藏民族等地区常被使用制作成果酱。

通常,植物因受到外界环境等因素的影响,体内会产生和积累一些具有生物活性的次生代谢产物,而这些产物会表现出一定的变化^[11]。已有研究发现,药用植物体内产生的二次代谢产物随着生长年限的增长,其含量会出现一定程度的波动^[12-14]。从小果蔷薇分离得到的最多的化合物为三萜类有机酸,其次是糖苷类化合物^[15-19]。目前,在实际生产过程中,每年对小果蔷薇采收至少在 3 次以上,但对于小果蔷薇的采收时期及采收部位,各地区都不一样,没有统一标准。因此,不同的采收时期会影响小果蔷薇叶和茎活性成分的种类和含量,进而影响其质量。为了更好地开发、利用小果蔷薇资源,有必要了解生长过程中所含成分的变化规律,为此,本研究对不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖、总有机酸和鞣花酸的含量进行了动态观察与分析,旨在为小果蔷薇最佳采收期的确定提供实验数据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

小果蔷薇样品 采自广东省韶关市武江区龙归镇野生环境,经华南理工大学张晓元教授鉴定为蔷薇科蔷薇属植物(*Rosa cymosa* Tratt.),其采收时间为

2021 年 2 月 25 日~12 月 25 日,每月采样 1 次,每次采样 2 批,每批样品 2 kg(以鲜品计),采收后茎和叶一起阴干,阴干后分离茎和叶,粉碎,过三号筛,样品信息见表 1;鞣花酸 坛墨质检科技股份有限公司;熊果酸 成都曼斯特生物科技有限公司;无水葡萄糖、苯酚 天津市大茂化学试剂厂;无水乙醇 湖南汇虹试剂有限公司;甲醇 西陇科学股份有限公司;香草醛 上海展云化工有限公司;高氯酸 广州化学试剂有限公司;冰醋酸 西陇科学股份有限公司;硫酸 西陇科学股份有限公司;娃哈哈纯水 市售。

表 1 小果蔷薇样品信息

Table 1 Sample information of *Rosa cymosa* Tratt.

采收时期	小果蔷薇叶样品编号	小果蔷薇茎样品编号
2021-02-25	S1~S2	J1~J2
2021-03-25	S3~S4	J3~J4
2021-04-25	S5~S6	J5~J6
2021-05-25	S7~S8	J7~J8
2021-06-25	S9~S10	J9~J10
2021-07-25	S11~S12	J11~J12
2021-08-25	S13~S14	J13~J14
2021-09-25	S15~S16	J15~J16
2021-10-25	S17~S18	J17~J18
2021-11-25	S19~S20	J19~J20
2021-12-25	S21~S22	J21~J22

LC-16 型高效液相色谱仪 岛津仪器苏州有限公司;UV-9000S 型紫外可见分光光度计 上海元析有限公司;SPD-M20A 型二极管阵列检测器 岛津仪器苏州有限公司,BSA224S 型分析天平 赛多利斯;GL-20M 型高速冷冻离心机 长沙易达仪器有限公司;HHS-11-4 型电热恒温水浴锅 上海博迅实业有限公司;SB25-12DTD 型超声波清洗机 宁波新芝生物科技有限公司;YB-4500A 型多功能粉碎机 永康速峰工贸有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 总多糖含量的测定 参照管美玉等^[20]方法,取样品粉末(过三号筛)1 g,精密称定,置圆底烧瓶中,加水 200 mL,加热回流 2 h,放冷后至 250 mL 的量瓶中,用少量水洗涤 4 次,洗液合并,加水至刻度,摇匀,滤过,精密量取 10 mL,加无水乙醇 25 mL,摇匀,冷藏 1 h,取出,离心(4000 r/min)20 min,弃去上清液(必要时滤过),沉淀加热水溶解,转移至 25 mL 量瓶中,放冷,加水至刻度,摇匀,即得,备用。

精密量取样液 1 mL,分别加 5% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 5 mL,摇匀,于 100 ℃ 水浴中加热 20 min,置冰水浴中 5 min,取出,在 488 nm 波长处测定吸光度,结果以葡萄糖(mg·g⁻¹)表示。

1.2.2 总有机酸含量的测定 参照邵峰等^[21]方法。称取样品粉末 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加无水乙醇 50 mL,摇匀,超声(40 kW, 500 Hz)1 h,离心(6000 r/min)15 min,取上清液作为供试品溶液备用。

精密量取 0.1 mL 供试品溶液于 10 mL 试管中,置于 100 ℃ 的水浴中,分别加 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.3 mL,混匀,迅速加入高氯酸 1.0 mL,摇匀,于 60 ℃ 水浴中,取出,置冰水浴中 5 min,加入 5.0 mL 冰醋酸,混匀,室温放置 10 min,取出,在波长 550 nm 处测定吸光度,结果以熊果酸(mg·g⁻¹)表示。

1.2.3 鞣花酸含量的测定

1.2.3.1 样品制备 称取样品 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密量取 75% 甲醇 50 mL,摇匀,超声处理(40 kW, 500 Hz)30 min,混匀,离心(6000 r/min)15 min,精密量取上清液 0.5 mL,加 75% 甲醇定容至 1 mL 容量瓶中,混匀,作为供试品溶液备用。

色谱柱选择: 色谱柱: SunFire C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm)。

洗脱程序: 流动相为以乙腈-0.2% 磷酸溶液(15:85)为流动相;流速: 1.0 mL/min;柱温: 35 ℃;进样量为 10 μL;检测波长为 254 nm。

1.2.3.2 线性关系考察 精密量取鞣花酸对照品溶液,用甲醇溶解配制成质量浓度分别为 50、20、10、5、1 μg/mL 的标准曲线溶液,按照色谱条件“1.2.3.1”项下依次进样,记录色谱峰面积。以峰面积(Y)为纵坐标,对照品质量浓度(X)为横坐标,绘制标准曲线。

1.2.3.3 精密度试验 取对照品溶液,按“1.2.3.1”项下色谱条件连续测定 6 次,记录鞣花酸成分的峰面积,计算 RSD。

1.2.3.4 重复性试验 取同一批采收时期的小果蔷薇叶和茎样品 6 份,按“1.2.3.1”项下方法制备 6 份供试品溶液,按“1.2.3.1”项下色谱条件测定,记录峰面积,计算小果蔷薇叶和茎中鞣花酸含量的 RSD。

1.2.3.5 稳定性试验 取同一采收时期的小果蔷薇叶和茎样品,按“1.2.3.1”项下方法制备供试品供试品

溶液,分别于 0、2、8、12、24、36 h 按“1.2.3.1”项下色谱条件测定,记录峰面积,计算小果蔷薇叶和茎中鞣花酸峰面积的 RSD。

1.2.3.6 加样回收率试验 取已知含量的小果蔷薇叶和小果蔷薇茎,分别加入一定量的鞣花酸对照品溶液,按“1.2.3.1”项下制成供试品溶液,在“1.2.3.1”项下色谱条件进行进样测定,计算加样回收率和 RSD。

1.3 数据处理

所有数据平行测定三次,结果以 $\bar{X} \pm S$ (平均值±标准偏差)表示。利用 SPSS Statistics 26.0 软件对数据进行方差分析, $P < 0.05$ 表示差异显著;利用 Origin 2021 软件进行绘图。

2 结果与分析

2.1 方法学考察结果

2.1.1 线性关系、精密度、重复性、稳定性和加样回收率考察 鞣花酸含量测定得到的回归方程分别为: $Y = 93370X - 89010.7$, $r = 0.999774$ 。结果表明鞣花酸在 1~100 μg/mL 范围内线性关系良好。

鞣花酸的精密度 RSD 为 0.21%。叶和茎的重复性和稳定性 RSD 值分别为: 2.78% 和 1.44%; 1.65% 和 2.15%。表明仪器精密度良好、方法重复性良好且样品分别在 36 h 内稳定。

由表 2 结果显示,鞣花酸加样回收率的 RSD 分别为 1.08%、0.94%、0.91%(叶); 0.74%、0.92%、1.86%(茎),表明回收率较好。

表 2 加样回收率试验结果
Table 2 Results of sample recovery rate test

对照品	重量 (0.1 mg)	原有量 (μg)	加入量 (μg)	实测量 (μg)	回收率 (%)	RSD (%)
鞣花酸(叶)	1.0004	3876.02	3102.06	6964.31	99.56	1.08
	1.0003	3959.05	3102.06	7071.31	100.33	
	1.0005	3890.26	3102.06	6937.01	98.22	
	1.0001	3785.88	3877.57	7539.85	96.81	
	1.0007	3885.69	3877.57	7693.59	98.20	0.94
	1.0005	3810.55	3877.57	7551.71	96.48	
	1.0002	3908.87	4653.09	8502.93	98.73	
	1.0001	3773.06	4653.09	8385.33	99.12	
	1.0002	3976.81	4653.09	8651.56	100.47	0.91
	1.0001	1284.79	1027.93	2313.09	100.04	
鞣花酸(茎)	1.0006	1317.16	1027.93	2330.70	98.60	0.74
	1.0004	1299.55	1027.93	2317.68	99.05	
	1.0002	1321.89	1284.91	2589.16	98.63	
	1.0001	1310.62	1284.91	2558.14	97.09	
	1.0004	1342.39	1284.91	2610.28	98.68	0.92
	1.0002	1299.61	1541.90	2874.25	102.12	
	1.0003	1286.40	1541.90	2851.85	101.53	
	1.0001	1339.01	1541.90	2859.71	98.63	

2.2 不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖、总有机酸和鞣花酸含量的动态变化

2.2.1 不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖含量的动态变化 由表 3~表 4 测定结果可知,不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖含量差异性显著

($P<0.05$)。不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖含量范围分别为 $9.563\sim 23.164\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $0.763\sim 15.650\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖含量整体上呈现波动式变化,叶在 2 月到 8 月采收的含量呈现逐渐上升趋势,在 8 月采收的含量较高,为 $23.164\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,8 月到 11 月逐渐下降,随后在 11 月到 12 月回升,且在 11 月采收的含量较低,为 $9.563\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。茎在 2 月到 7 月采收的含量逐渐下降,其中在 2 月采收的含量较高,为 $15.650\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,而在 7 月采收的含量较低,为 $0.763\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,7 月到 8 月采收的含量快速回升,最后在 8 月到 12 月采收的含量逐渐下降。研究结果分析得出,小果蔷薇叶和茎中总多糖含量分别在 8 月和 2 月达到了最高点,由此推测小果蔷薇叶和茎中总多糖可能与生长温度有关,夏季雨热同期且时间长,小果蔷薇植株生长较快,需要消耗大量的能量,根茎部总多糖含量往叶转移。经秋季结果期后,受到冬季低温霜冻等气候的影

表 3 不同采收时期小果蔷薇叶中总多糖、总有机酸和鞣花酸含量测定结果($\bar{x}\pm s$, $n=3$)

Table 3 Results of total polysaccharide, total organic acid and ellagic acid content in leaf of *Rosa cymosa* Tratt. at different harvest periods ($\bar{x}\pm s$, $n=3$)

采收时期	总多糖含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	总有机酸含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	鞣花酸含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)
2021-02-25	$13.985\pm 0.59040^{\text{de}}$	$111.484\pm 1.13589^{\text{a}}$	$0.058\pm 0.00016^{\text{c}}$
2021-03-25	$12.552\pm 0.44314^{\text{f}}$	$64.847\pm 0.59991^{\text{h}}$	$0.068\pm 0.00013^{\text{b}}$
2021-04-25	$12.825\pm 0.55940^{\text{e}}$	$80.808\pm 1.01264^{\text{e}}$	$0.074\pm 0.00002^{\text{a}}$
2021-05-25	$13.844\pm 0.80534^{\text{de}}$	$81.662\pm 0.69258^{\text{e}}$	$0.068\pm 0.00021^{\text{b}}$
2021-06-25	$14.174\pm 0.50626^{\text{de}}$	$111.342\pm 0.57809^{\text{a}}$	$0.077\pm 0.00001^{\text{a}}$
2021-07-25	$22.689\pm 1.02826^{\text{b}}$	$74.572\pm 0.57488^{\text{f}}$	$0.059\pm 0.00012^{\text{c}}$
2021-08-25	$23.164\pm 0.99855^{\text{a}}$	$102.42\pm 0.54725^{\text{b}}$	$0.074\pm 0.00013^{\text{a}}$
2021-09-25	$15.335\pm 1.00837^{\text{d}}$	$82.130\pm 0.9384^{\text{e}}$	$0.060\pm 0.00014^{\text{c}}$
2021-10-25	$13.459\pm 0.72666^{\text{de}}$	$87.905\pm 0.46419^{\text{d}}$	$0.041\pm 0.00004^{\text{e}}$
2021-11-25	$9.563\pm 0.84913^{\text{e}}$	$99.163\pm 0.68044^{\text{c}}$	$0.047\pm 0.00007^{\text{d}}$
2021-12-25	$19.593\pm 0.87537^{\text{c}}$	$66.990\pm 0.44310^{\text{e}}$	$0.039\pm 0.00006^{\text{e}}$

注:同列标有不同小写字母者表示组间差异显著($P<0.05$);表4同。

表 4 不同采收时期小果蔷薇茎中鞣花酸、总有机酸和总多糖含量测定结果($\bar{x}\pm s$, $n=3$)

Table 4 Results of total polysaccharide, total organic acid and ellagic acid content in stem of *Rosa cymosa* Tratt. at different harvest periods ($\bar{x}\pm s$, $n=3$)

采收时期	总多糖含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	总有机酸含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	鞣花酸含量 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)
2021-02-25	$15.650\pm 0.57527^{\text{a}}$	$125.393\pm 10.53941^{\text{b}}$	$0.037\pm 0.00009^{\text{a}}$
2021-03-25	$7.148\pm 0.26655^{\text{bc}}$	$77.721\pm 4.38972^{\text{d}}$	$0.024\pm 0.00007^{\text{c}}$
2021-04-25	$7.880\pm 0.42626^{\text{b}}$	$100.165\pm 2.87859^{\text{c}}$	$0.038\pm 0.00008^{\text{a}}$
2021-05-25	$5.370\pm 0.40611^{\text{de}}$	$171.123\pm 5.79726^{\text{a}}$	$0.024\pm 0.00001^{\text{c}}$
2021-06-25	$5.676\pm 0.62973^{\text{d}}$	$101.325\pm 3.94510^{\text{c}}$	$0.035\pm 0.00007^{\text{b}}$
2021-07-25	$0.763\pm 0.07466^{\text{f}}$	$42.145\pm 2.26236^{\text{f}}$	$0.033\pm 0.00007^{\text{b}}$
2021-08-25	$7.820\pm 0.53104^{\text{b}}$	$81.610\pm 4.00200^{\text{d}}$	$0.024\pm 0.00006^{\text{c}}$
2021-09-25	$6.251\pm 0.38399^{\text{cd}}$	$178.960\pm 11.90443^{\text{a}}$	$0.021\pm 0.00006^{\text{c}}$
2021-10-25	$6.734\pm 0.64687^{\text{c}}$	$54.286\pm 8.57434^{\text{c}}$	$0.013\pm 0.00002^{\text{e}}$
2021-11-25	$4.603\pm 0.68544^{\text{e}}$	$72.150\pm 5.75302^{\text{d}}$	$0.018\pm 0.00003^{\text{d}}$
2021-12-25	$1.159\pm 0.20952^{\text{f}}$	$22.241\pm 3.16786^{\text{e}}$	$0.016\pm 0.00003^{\text{d}}$

响,植物生理功能下降,小果蔷薇叶枯萎,有效成分往茎转移,导致部分活性成分含量达到峰值。这与陆廷祥等^[22]研究土党参中总多糖活性成分的含量受采收期影响的结果一致。

2.2.2 不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总有机酸含量的动态变化 由表 3~表 4 测定结果可知,不同采收时期小果蔷薇叶中总有机酸含量差异性显著($P<0.05$)。不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总有机酸含量分别在 $64.847\sim 111.484\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $22.241\sim 178.960\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。不同采收时期小果蔷薇叶中总有机酸含量整体上呈现波动式变化,其中在 2 月到 3 月采收的含量快速下降,3 月到 6 月采收的含量呈波动式上升,6 月到 12 月采收的含量呈波动式下降;在 2 月、6 月和 8 月采收的含量较高,分别为 111.484 、 111.342 和 $102.425\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,而在 3 月采收的含量较低,为 $64.847\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。茎在 2 月到 5 月采收的含量呈现波动式上升,5 月到 7 月采收的含量快速下降,7 月到 9 月采收的含量逐渐上升,最后在 9 月到 12 月采收的含量波动式下降。其中在 9 月到 5 月采收的含量较高,分别为 178.960 和 $171.123\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,而在 12 月采收的含量较低,为 $22.241\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

植物体内三萜类组成和含量随着植物的遗传背景、组织类型、生长年龄、生理状况及环境因子的变化而发生变化^[23-24]。结果表明,随着季节的升温,小果蔷薇植株的生长,叶和茎都进入快速生长期,次生代谢产物含量明显升高,这与高伟城等^[25]研究枇杷叶中总三萜酸在 5 月采收含量最高基本一致;与王玉霞等^[26]研究夏枯草最佳采收期相近。总有机酸在小果蔷薇不同部位及相同部位不同采收期的含量变化提示,其生物合成与植物生长发育不同阶段有关。

2.2.3 不同采收时期小果蔷薇叶和茎中鞣花酸含量的动态变化 由表 3~表 4 测定结果可知,不同采收时期小果蔷薇叶和茎中鞣花酸含量差异性显著($P<0.05$)。不同采收时期小果蔷薇叶和茎中鞣花酸含量范围分别在 $0.039\sim 0.077\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 和 $0.013\sim 0.038\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。不同采收时期小果蔷薇叶和茎中鞣花酸含量在总体波动趋势下呈现下降趋势。其中叶在 2 月到 8 月采收的含量呈波动式上升趋势,在 4 月、6 月和 8 月采收的含量较高,分别为 0.074 、 0.077 和 $0.074\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,此后 8 月到 12 月呈下降趋势,到 10 月和 12 月采收的含量较低分别为 0.041 和 $0.039\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。茎中鞣花酸含量从 2 月和 6 月采收呈波动式变化,在 2 月和 4 月采收的含量较高,分别为 0.037 和 $0.038\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,此后呈下降趋势,在 10 月采收的含量较低,为 $0.013\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。通过对比研究发现,小果蔷薇叶中鞣花酸含量高于小果蔷薇茎。

酚类物质在果实生长发育前期含量较高,主要是前期酚类物质合成速率较快;随着果实早期的快速生长发育,酚类物质合成与含量逐渐被“稀释”^[27],因而从结果分析可以看出,鞣花酸含量在开花期 4 月

左右含量逐渐上升,在始果期 8、9 月含量达到最大值,而在果实成熟期后呈降低趋势。这与黄仕清等^[28]研究地稔最佳采收期为 5~9 月相近,和王燕^[29]研究大花紫薇叶中鞣花酸含量在始果期 8 月下旬达到最高结果基本一致,与尹海波等^[30]研究牻牛在六月末鞣花酸含量达到最大值一致。因此,据此含量变化规律,可确定小果蔷薇叶在 4、6、8 月为适宜采收期,此时有效成分鞣花酸的含量较高。

2.3 聚类分析

运用 SPSS26.0 软件对不同采收时期小果蔷薇叶和茎样品 3 个成分的含量测定结果进行系统聚类,采用组间平均数联结法,以皮尔逊相关系距离为测度样得图 1~图 2。结果显示聚类明显,叶中,当类间距离为 5 时,聚为 3 类,一类为 4、6、3、8、11、2,一类为 7、10、12,另一类为 5、9。茎中,当类间距离为 15 时,聚为 3 类,一类为 2、11、6、10,一类为 7、8、12,另一类为 4、5、3、9。

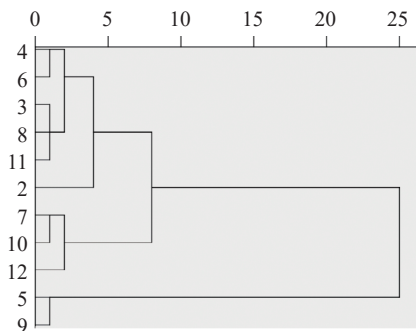


图 1 小果蔷薇叶聚类分析图

Fig.1 Cluster analysis of *Rosa cymosa* Tratt. in leaf

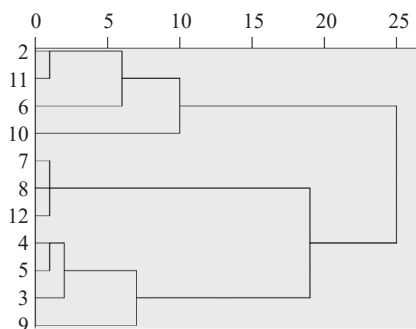


图 2 小果蔷薇茎聚类分析图

Fig.2 Cluster analysis of *Rosa cymosa* Tratt. in stem

2.4 主成分分析

以 3 个成分含量测定结果为变量,采用 SPSS 26.0 软件进行主成分分析,选取特征值大于 0.7,其中叶和茎累计贡献率分别达到 77.067% 和 82.970% 的前 2 个主成分,表明这 2 个成分能够很好地代表小果蔷薇叶和茎主要特征及基本信息。根据各成分得分系数矩阵,分别按公式(1)、公式(4)计算主成分 1 的因子得分(F1)、按公式(2)、公式(5)计算主成分 2 的因子得分(F2),用各成分的分差贡献率为权重,以 2 个主成分对小果蔷薇叶和茎进行综合评价并对

结果进行排序,按公式(3)、公式(6)计算其综合评价 F。

$$\text{叶: } F1 = 0.6353X_1 + 0.5636X_2 + 0.52780X_3 \quad \text{式 (1)}$$

$$F2 = -0.07294X_1 - 0.68269X_2 + 0.76817X_3 \quad \text{式 (2)}$$

$$F = 0.57294F1 + 0.25675F2 \quad \text{式 (3)}$$

$$\text{茎: } F1 = 0.73495X_1 + 0.621677X_2 - 0.270255X_3 \quad \text{式 (4)}$$

$$F2 = -0.108068X_1 + 0.5013970X_2 + 0.85870X_3 \quad \text{式 (5)}$$

$$F = 0.41913F1 + 0.35154F2 \quad \text{式 (6)}$$

其中, F1、F2 中 $X_1 \sim X_3$ 参与计算的系数来源于表 5 对应的数值。F 中参与计算的系数为表 6 中主成分 1 和 2 的方差贡献率。

表 5 各因子初始因子载荷矩阵

Table 5 Initial factor load matrix of each factor

成分	主成分1	主成分2
叶	总多糖	0.833
	总有机酸	0.739
	鞣花酸	0.692
茎	总多糖	0.824
	总有机酸	0.697
	鞣花酸	-0.303

表 6 特征根、各主成分的贡献率

Table 6 Contribution rate of characteristic roots and principal components

成分	特征根值	方差贡献率(%)	积累贡献率(%)
叶	1	1.719	57.294
	2	0.770	25.675
茎	1	1.257	41.913
	2	1.055	35.154

由评价模型计算出小果蔷薇叶和茎各主成分得分、综合得分、排名情况,由表 7~表 8 可知,不同采收小果蔷薇叶综合得分由高到低依次为 8 月、6 月、7 月、2 月、9 月、4 月和 5 月、12 月、3 月、10 月;茎

表 7 不同采收时期小果蔷薇叶主成分评分和综合评分

Table 7 Principal component score in leaf of *Rosa cymosa* Tratt. at different harvest periods

月份	F1	F2	F	排名
2	0.69	-0.93	-0.04	4
3	-1.52	1.1	-0.25	8
4	-0.99	1.01	-0.06	6
5	-0.67	0.62	-0.06	6
7	0.33	0.31	0.24	3
6	0.74	0.48	0.48	2
8	1.57	0.61	0.87	1
9	-0.23	0.13	-0.05	5
10	0.05	-1.31	-0.44	9
11	-0.3	-1.37	-0.61	10
12	0.34	-0.65	-0.09	7

表 8 不同采收时期小果蔷薇茎主成分评分和综合评分

Table 8 Principal component score in stem of *Rosa cymosa* Tratt. at different harvest periods

月份	F1	F2	F	排名
2	2.56	1.61	1.88	1
3	-0.14	-0.35	-0.17	8
4	1.08	1.20	0.93	2
5	0.63	0.90	0.59	3
7	0.55	0.91	0.55	4
6	-1.04	-0.17	-0.64	6
8	0.01	-0.29	-0.07	5
9	0.68	0.76	0.59	3
10	-1.14	-1.65	-1.08	9
11	-0.98	-1.00	-0.82	7
12	-2.22	-1.93	-1.77	10

为 2 月、4 月、5 月和 9 月、6 月、8 月、7 月、11 月、3 月、10 月、12 月。

由图 3~图 4 可以看出,根据 PC1、PC2 的得分情况,大致可以分三个部分:叶中,采收时期 6 月、7 月、8 月均在 PC1 和 PC2 的正向区间(第一象限和第二象限),说明这三个时期采收的总多糖、总有机酸和鞣花酸含量较高,因此 6 月、7 月、8 月采收品质较优,排名靠前;茎中,采收时期 2 月、4 月和 6 月均位于 PC1 和 PC2 的正向区间(第一象限),说明这三个时期采收的总多糖、总有机酸和鞣花酸含量较高,因此,排名也相对靠前。

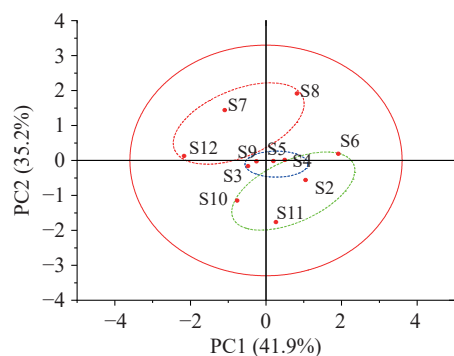


图 3 小果蔷薇叶主成分得分图

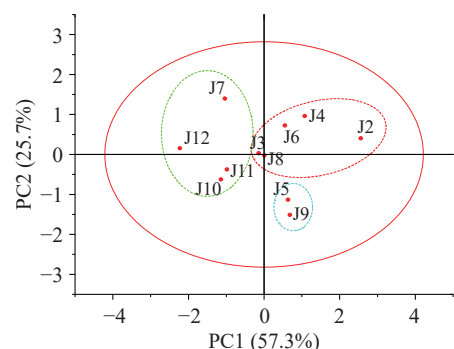
Fig.3 PCA scores of *Rosa cymosa* Tratt. in leaf

图 4 小果蔷薇茎主成分得分图

Fig.4 PCA scores of *Rosa cymosa* Tratt. in stem

3 结论

目前,文献对中药材采收及药效成分的动态积

累研究中,通常只以日期或日历上节令为考察的时间节点,对于地域分布广泛的药用植物,难以获得普适性规律。本论文对不同采收时期小果蔷薇叶和茎中总多糖、总有机酸和鞣花酸的含量进行了测定,并进行了方差分析、聚类分析和主成分分析,结果显示,小果蔷薇叶的适宜采收时期为 8 月,茎的适宜采收时期为 2 月。本论文的研究结果可为小果蔷薇的采收提供参考。

因所有小果蔷薇样品均在野外采收,其采收条件具有一定的困难,因此后续可以采集小果蔷薇样品进行扦插栽培研究,并将野外采集的样品和栽培样品进行对比,以进一步开发和利用小果蔷薇资源。除了采收时期外,其他许多因素均可影响小果蔷薇的质量,需待进一步研究。

参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志[M]. 北京: 科学出版社, 1959. [Editorial Committee of the Flora of China, Chinese Academy of Sciences. Flora of China[M]. Beijing: Science Press, 1959.]
- [2] 黄小燕. 小果蔷薇的化学成分研究[D]. 桂林: 广西师范学院, 2015. [HUANG Xiaoyan. Studies on chemical constituents of *Rosa cymosa* Tratt. [D]. Guilin: GuangXi Teachers Education University, 2015.]
- [3] 包海燕. 小果蔷薇化学成分的研究[D]. 沈阳: 沈阳药科大学, 2008. [BAO Haiyan. Studies on chemical constituents of *Rosa cymosa* Tratt. [D]. Shenyang: ShenYang Pharmaceutical University, 2008.]
- [4] 陈军, 秦复强, 张春娇, 等. 一种治疗创伤的药物: 中国, 101062054[P]. 2010-04-07. [CHEN Jun, QIN Fuqiang, ZHANG Chunjiao, et al. A drug to treat traumatic injuries: China, 101062054 [P]. 2010-04-07.]
- [5] 曾玉凌, 邓南斗. 治疗萎缩性胃炎的组合物及其应用: 中国, 111358849A[P]. 2020-07-03. [ZENG Yuling, DENG Nandou. Compositions for the treatment of atrophic gastritis and their applications: China, 111358849A[P]. 2020-07-03.]
- [6] 仲崇允. 一种治疗子宫脱垂的中药组合物: 中国, 111759900A[P]. 2020-10-13. [ZHONG Chongyun. An herbal composition for the treatment of uterine prolapse: China, 111759900A[P]. 2020-10-13.]
- [7] 刘连锋. 健脾开胃的甜酒曲: 中国, 201710875764.9[P]. 2018-01-09. [LIU Jiafeng. Sweet wine tune for spleen and appetite: China, 201710875764.9[P]. 2018-01-09.]
- [8] 龚建新. 一种米酒酒曲及其制作方法: 中国, 201510737195.2[P]. 2015-11-04. [GONG Jianxin. A kind of rice wine malt and its production method: China, 201510737195.2[P]. 2015-11-04.]
- [9] 曹亚玲, 何永华. 蔷薇属 38 个野生种果实的维生素含量及其与分组的关系[J]. 植物学报, 1996, 38(10): 822-827. [CAO Ya-ling, HeYonghua. Vitamin contents in the hips of 38 species of *Rosa* and their relation to division of sections[J]. Journal of Integrative Plant Biology, 1996, 38(10): 822-827.]
- [10] 闵运江, 邢世海, 陈科. 皖西大别山区野生食果资源及其开发应用研究[J]. 中国林副特产, 2007(1): 50-56. [MIN Yunjiang, XING Shihai, CHEN Ke. Wild edible fruit plant resources and development in the mountainous area in Dabishan mountainous area of western Anhui[J]. Forest By-Product and Speciality in China, 2007

- (1): 50–56.]
- [11] 阎秀峰, 王洋, 李一蒙. 植物次生代谢及其与环境的关系[J]. *生态学报*, 2007, 27(6): 2554–2562. [YAN Xiufeng, WANG Yang, LI Yimeng. Plant secondary metabolism and its response to environment[J]. *Acta Ecologica Sinica*, 2007, 27(6): 2554–2562.]
- [12] 彭焱, 董爱文, 唐克华. 白及不同生长期主要成分的动态变化[J]. *贵州农业科学*, 2019, 47(8): 124–128. [PENG Yan, DONG Aiwen, TANG Kehua. Dynamic variation of components *Bletilla striata* at different growth stages[J]. *Guizhou Agricultural Sciences*, 2019, 47(8): 124–128.]
- [13] 况成裕, 姜立会, 王振. 金刚藤不同生长年限和采收时期黄酮类成分含量的动态变化研究[J]. *中药材*, 2020, 43(12): 2905–2908. [KUANG Chengyu, JIANG Lihui. Study on the dynamic changes of flavonoid contents in the tuber of *Smilax biumbellata* with different growth years and harvesting periods[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2020, 43(12): 2905–2908.]
- [14] 杨小花, 郭巧生, 朱再标, 等. 不同采收期老鸦瓣生物量积累及药材品质研究[J]. *中国中药杂志*, 2016, 41(4): 624–629. [YANG Xiaohua, GUO Qiaosheng, ZHU Zaibiao, et al. Optimum harvest time of *Tulipa edulis* based on comparisons of biomass accumulation and medicinal quality evaluation[J]. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 2016, 41(4): 624–629.]
- [15] XIAO Ruifan, LU Bai, LI Meiliao, et al. Studies on the chemical constituents and quality evaluation of *Rosa cymosa* Tratt. root[J]. *Journal of Separation Science*, 2020, 43(24): 4379–4389.
- [16] YU Binji, XIN Yixu, XU Dongxu, et al. Three new triterpenoids with their bioactives from the roots of *Rosa cymosa*[J]. *Natural Product Research*, 2019, 20(34): 2931–2937.
- [17] WU Xiaopeng, ZHANG Xiaopo, MA Guoxu, et al. A new ursane-type triterpene, cymosic acid from *Rosa cymosa*[J]. *Journal of Asian Natural Products Research*, 2014, 16(4): 422–425.
- [18] MA Guoxu, HUANG Xiaoyan, DAI Huanian, et al. Two new triterpenoid glycosides from the roots of *Rosa cymosa* Tratt.[J]. *Helvetica Chimica Acta*, 2016, 99(6): 482–486.
- [19] 黄小燕, 马国需, 钟小清, 等. 小果蔷薇三萜酸类化学成分的研究[J]. *中国中药杂志*, 2014, 39(23): 4637–4641. [HUANG Xiaoyan, MA Guoxu, ZHONG Xiaoqin, et al. Triterpene constituents from *Rosa cymosa* Tratt.[J]. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 2014, 39(23): 4637–4641.]
- [20] 管美玉, 刘玉强, 才谦, 等. 无梗五加果提取物总多糖测定及单糖组成分析[J]. *中成药*, 2016, 38(11): 2509–2511. [GUANG Meiyu, LIU Yuqiang, CAI Qian. Determination of total polysaccharides and analysis of monosaccharide composition of *Acanthopanax sessiliflorus* (Rupr. Et Maxim) Seem[J]. *Chinese Traditional Patent Medicine*, 2016, 38(11): 2509–2511.]
- [21] 邵峰, 谷丽菲, 陈慧娟, 等. 不同产地山里红野山楂中总黄酮总有机酸含量比较[J]. *时珍国医国药*, 2015, 26(1): 11–13. [SHAO Feng, GU Lifei, CHEN Huijuan, et al. The comparisons of total flavonoids and total organic acid in *Crataegus pinnatifida* Bge. Var. *major*. N. E. Br. And *Crataegus cuneata* Sieb. et Zucc. in different habitats[J]. *Lishizheng Medicine and Materia Medica Research*, 2015, 26(1): 11–13.]
- [22] 陆廷祥, 王传明, 张玉萍, 等. 不同采收期苗药土党参中党参炔苷、总多糖和总黄酮含量的测定以及土党参最佳采收期的确定[J]. *理化检验-化学分册*, 2022, 58(2): 133–139. [LU Tingxiang, WANG Chuanming, ZHUANG Yuping, et al. Determination of lobetyolin, total polysaccharides and total flavonoids in miao medicine *Campanumoea Javanica* from different harvesting periods and determination of the optimal harvesting periods of *Campanumoea javanica*[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis*, 2022, 58(2): 133–139.]
- [23] 赵云生, 万德光, 陈新, 等. 五环三萜皂苷生物合成与调控的研究进展[J]. *中草药*, 2009, 40(2): 327–330. [ZHAO Yunsheng, Wang Deguang, CHEN Xin, et al. Advances in studies biosynthesis and regulation of pentacyclic triterpenoid saonin[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 2009, 40(2): 327–330.]
- [24] 李继杨, 谢晓梅, 李倩文, 等. 枇杷不同器官及不同物候4种三萜酸含量的动态变化[J]. *中国中药杂志*, 2015, 40(5): 875–880. [LI Jiyang, XIE Xiaomei, LI Qinwen, et al. Dynamic changes of four triterpenic acids contents in different organs of loquat (*Eriobotrya japonica*) and phenology[J]. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 2015, 40(5): 875–880.]
- [25] 高伟城, 王小平, 方瑞燕, 等. 不同采收期及气候因子对枇杷叶品质的影响研究[J]. *中药材*, 2022(8): 1898–1903. [GAO Weicheng, WANG Xiaoping, FANG Ruiyan, et al. Effect study of quality of *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl in leaves with different harvesting period and climatic factors[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2022(8): 1898–1903.]
- [26] 王玉霞, 尹金宝, 郭巧生, 等. 夏枯草不同部位活性成分含量动态研究[J]. *中国中药杂志*, 2011, 36(6): 741–745. [WANG Yuxia, YI Jinbao, GUO Qiaosheng, et al. Dynamic change of active component content in different parts *Prunella vulgaris*[J]. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 2011, 36(6): 741–745.]
- [27] 姚鑫, 毛凤成, 程建斌, 等. 掌叶覆盆子 UPLC 分析体系的建立及青果药用成分动态分析[J]. *分子植物育种*, 2022, 46(14): 1–14. [YAO Xin, MAO Fengcheng, CHENG Jianbin, et al. Establishment of UPLC analysis system of *Rubus chingii* hu and dynamic analysis of medicinal components of green fruits[J]. *Molecular Plant Breeding*, 2022, 46(14): 1–14.]
- [28] 黄仕清, 徐文芬, 张明昶, 等. 不同采收期地稔药材中有效成分的动态积累分析[J]. *贵州科学*, 2013, 31(3): 88–90. [HUANG Shiqing, XU Wenfen, ZHANG Mingchang, et al. Dynamic accumulation analysis on active ingredients of *Melastoma dodecan-drum* herbs in different collection periods[J]. *Guizhou Science*, 2013, 31(3): 88–90.]
- [29] 王燕. HPLC 法测定不同产地及不同采收时间大花紫薇叶中鞣花酸含量[J]. *亚太传统医药*, 2014, 10(11): 25–27. [WANG Yan. Determination of ellagic acid content in leaves of *Lagerstroemia speciosa* specious in different habitats and different harvest times by HPLC[J]. *Asia-Pacific Traditional Medicine*, 2014, 10(11): 25–27.]
- [30] 尹海波, 赵晓雨, 涂秀文, 等. 不同采收时期牯牛儿苗中4种酚酸类活性成分的动态分析[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2014, 20(13): 121–124. [YI Haibo, ZHAO Xiaoyu, TU Xiuwen, et al. Dynamic variation of 4 active component of phenolic acids in *Erodium stephanianum* from different collection time[J]. *Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae*, 2014, 20(13): 121–124.]