

艾绒的质量评价标准及其商品分级研究*

武娟¹, 万定荣^{1△}, 赵百孝², 陈熙¹, 江远明³, 周胜³, 徐涤新³, 徐燃⁴

(1. 中南民族大学药学院, 湖北 武汉 430074; 2. 北京中医药大学中医学院, 北京 100029; 3. 湖北省蕲春县市场监督管理局, 湖北 蕲春 435300; 4. 湖北轻工大学生物与制药工程学院, 湖北 武汉 430048)

摘要:目的 建立艾绒的质量标准, 并进行商品分级。方法 对47批不同厂家、不同纯度的艾绒样品进行性状观察、显微及薄层色谱鉴别, 对样品的挥发油和总黄酮含量进行测定; 同时对其混淆品五月艾绒进行比较和鉴别, 并建立艾绒的质量分级标准。结果 不同品质的艾绒之间具有可供鉴别的性状、显微特征, 其总黄酮和挥发油的含量也有差异; 根据样品性状、显微特征及化学物质含量的差异, 可将艾绒分为质量较好、一般、较差3个等级。混淆品五月艾绒与正品艾绒在显微特征上具有明显的可鉴别差异。结论 所建立的鉴定方法与质量评价指标可有效用于艾绒商品的鉴定、分级与质量控制。

关键词:艾绒; 鉴定; 质量分级; 性状鉴别; 显微鉴别; 总黄酮; 挥发油

中图分类号: R932; R284.1; R286.0

文献标识码: A

文章编号: 1006-4931(2019)24-0004-04

Quality Evaluation Standard and Commodity Classification of Moxa

WU Juan¹, WAN Dingrong¹, ZHAO Baixiao², CHEN Xi¹, JIANG Yuanming³, ZHOU Sheng³, XU Dixin³, XU Ran⁴

(1. School of Pharmaceutical Sciences, South-Central University for Nationalities, Wuhan, Hubei, China 430074; 2. School of Traditional Chinese Medicine, Beijing University of Traditional Chinese Medicine, Beijing, China 100029; 3. Qichun Administration for Market Regulation, Qichun, Hubei, China 435300; 4. School of Biological and Pharmaceutical Engineering, Hubei University of Light Industry, Wuhan, Hubei, China 430048)

Abstract: Objective To establish the quality standard of moxa and classify the products. **Methods** Totally 47 batches of moxa samples with different purity from different manufacturers were observed and identified by microscope and TLC, and the contents of volatile oil and total flavonoids of samples were determined. Meanwhile, its adulterant *Artemisia indica* moxa was compared and identified.

Results There were identifiable macroscopic and microscopic characteristics among the moxa samples with different quality, the contents of the total flavonoids and volatile oils were also generally different. According to the difference of sample appearance, microscopic characteristic and chemical substance content, the moxa was divided into three grades: good quality, average quality and inferior quality. There were obvious identifiable differences in the microscopic characteristics between the *Artemisia argyi* moxa and the adulterant *Artemisia indica* moxa. **Conclusion** The established identification method and quality evaluation indexes can be effectively used for the identification, classification and quality control of moxa products.

Key words: moxa; identification; quality classification; observation on the appearance; microscopic identification; total flavonoids; volatile oil

艾灸疗法是中医传统治疗方法, 具有温通经脉、调和气血、协调阴阳、扶正祛邪^[1]的功效, 广泛用于治疗疾病和康养保健。艾绒是菊科植物艾 *Artemisia argyi* Lévl. et Vent. 的干燥叶经粉碎过筛制得的细软绒状物, 常被加工制成艾条等灸用制品, 用于艾灸治疗与保健。艾绒的质量对艾灸疗法的临床效果至关重要。目前普遍认为, 在一定范围内艾绒纯度越高, 艾灸制品质量越好。商品艾绒的纯度通常用多少 kg 艾叶可制成 1 kg 艾绒, 即叶绒比来表示。但目前不同厂家的叶绒比标示多有虚夸成分, 厂家间的比例标示也不统一; 同时市场上时有用质次(低叶绒比)艾绒虚充优质(高叶绒比)艾绒, 更有用五月艾 *Artemisia indica* Willd 的叶等混伪品及艾茎秆等低劣原料混淆加工制作艾绒的现象。本研究中对不同纯度或质量规格的正品艾绒进行了性状、显微、薄层色谱鉴别及主要化学物质(挥发油、黄酮类^[2-4])的含量测定, 并通过与伪劣品比较, 建立了艾绒质量评价标准, 确定

了经代表性艾绒生产厂家及艾灸师认同的艾绒等级分类。现报道如下。

1 仪器、药材与试剂

1.1 仪器

CX41 型显微镜(日本 Olympus 公司); UV-1800PC 型紫外-可见分光光度计(上海美谱达仪器有限公司); 挥发油提取器(武汉杰恒达工贸有限公司); 98-1-B 型电子调温电热套, 101-0AB 型电热鼓风干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司)。

1.2 药材

艾绒药材共 47 批, 从湖北、河南、宁夏、江苏、山东、江西等省区收集或购买, 样品来源见表 1(括号内比值为叶绒比, 系各厂家或公司自行标注)。五月艾 *Artemisia indica* Willd 原料样品 2 批, 自采于湖北建始县和武汉市郊, 由中南民族大学药学院万定荣教授鉴定。

*基金项目: 科技部国家重点研发计划项目[2016YFF0202802]。

第一作者: 武娟, 女, 在读硕士研究生, 研究方向为中药民族药资源及品质, (电子信箱)18842653925@163.com。

△通信作者: 万定荣, 男, 博士研究生, 教授, 研究方向为中药民族药资源及品质, (电子信箱)wandr666@163.com。

1.3 试药

硅胶 G(青岛海洋化工厂);芹菜素对照品(中国食品药品检定研究院,批号为 11901-201102,含量 99.6%);氧化石竹烯对照品(天津一方科技有限公司, Lot: AB671C);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 性状和显微鉴别

2.1.1 方法

按 2015 年版《中国药典(一部)》规定进行鉴别。其中显微计量或计数时,观察取样量为 1.0 mg;观察的目标物面积 0.14 mm²(即在 4×10 倍光学显微镜下,目标物占目镜测微尺的长、宽各 15 小格)。

2.1.2 性状

优质艾绒样品呈绒团状,表面为灰黄色、土黄色、浅褐黄色或带灰绿色。散有许多至极多的黑色至绿黑色的叶片碎末小点,无或偶见浅黄色或绿黄色的粗纤维。质轻柔软,手捻之不易散开而呈狭长橄榄形。气微香,或具特异的浓香或清香气,味微苦、微辛、微涩。点燃后不起火焰,散发芳香气。

质量较次的艾绒中,其叶片碎末所占比例较大,且

往往掺有艾的茎秆为原料制成。其绒团表面带明显的灰绿色或呈暗绿黄色,可见类白色的粗颗粒(茎髓小碎块)及浅黄色粗纤维,手指揉捏有粗糙感甚至扎手。

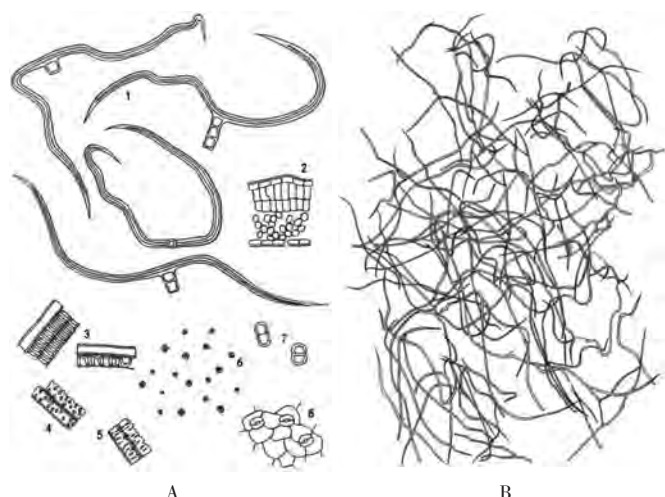
2.1.3 显微特征

优质艾绒样品 T 形毛众多,大多相互缠结成乱团状。其顶细胞细长,弯曲、扭曲或相互缠结,直径 5~18 μm,长 210~960 μm,极少可达 1 000 μm 以上,末端渐尖,中部可见类圆形、卵圆形或椭圆形的柄细胞脱落痕;柄细胞大多碎落,残留者具 1~3(最多 6)个类方形或长方形细胞,有的中部略膨大。长方形、类方形或不规则叶肉碎块(栅状细胞、海绵组织)少见、常见或众多,呈棕黄色、黄棕色、暗棕色或类黄色。碎块中有的可见细长的螺旋导管,稀见具缘纹孔导管及网纹导管,导管多相聚或与纤维相伴,直径 5~30 μm;有的碎块密布直径为 3~12 μm 的细小草酸钙簇晶,并少见细胞成对排列的鞋底形腺毛(顶面观);碎块中纤维少见或偶见,直径 7~20 μm,末端渐尖。表皮碎片(表面观)偶见或可见,具不定式气孔。艾绒显微特征模式图见图 1 A,高纯度的纯绒显微特征见图 1 B。不同纯度或质量规格的艾绒中叶肉碎块量存在明显不同。艾绒纯度越低,其叶肉碎块所占比重越大。

表 1 不同艾绒样品(叶绒比系厂家标示)挥发油、总黄酮含量测定结果

序号	样品来源	挥发油含量	总黄酮含量	序号	样品来源	挥发油含量	总黄酮含量
1	湖北鼎艾科技公司	0.48	2.12	25	湖北大悟(30:1)	0.28	1.37
2	湖北民发亿康药材合作社	<0.10	1.24	26	湖北大悟(20:1)	0.37	1.58
3	湖北李时珍地道药材公司	0.51	2.21	27	湖北大悟(10:1)	0.42	2.73
4	湖北蕲春蕲艾堂公司	0.55	1.81	28	河南南阳(40:1)	0.44	1.02
5	湖北李时珍医药集团公司(2.5:1)	0.54	3.36	29	河南南阳(30:1)	0.58	1.21
6	湖北李时珍医药集团公司(3:1)	0.26	3.09	30	河南南阳(15:1)	0.62	1.76
7	湖北李时珍医药集团公司(5:1)	0.22	2.92	31	河南汤阴艾条		1.43
8	湖北李时珍医药集团公司(7:1)	0.14	2.36	32	江苏康美制药公司,清艾条	0.71	2.62
9	湖北李时珍医药集团公司(10:1)	0.14	1.11	33	宁夏泽艾堂公司,五年陈(45:1)		0.83
10	湖北鼎艾科技公司(10:1)		1.93	34	山东烟台,清艾条(2:1)	0.28	2.48
11	湖北鼎艾科技公司(15:1)		1.97	35	江西赣州华绪艾绒厂(10:1)		1.62
12	湖北鼎艾科技公司(20:1)		1.46	36	湖北蕲艾制品公司,三年陈	0.45	2.40
13	湖北鼎艾科技公司(25:1)		1.16	37	湖北惠春公司(5:1)		3.70
14	湖北鼎艾科技公司(35:1)		1.13	38	湖北惠春公司(10:1)		2.18
15	湖北蕲春纪必武公司(5:1)		2.89	39	湖北惠春公司(20:1)		1.54
16	湖北蕲春纪必武公司(8:1)		1.78	40	湖北惠春公司(30:1)		1.38
17	湖北蕲春纪必武公司(35:1)		2.35	41	湖北惠春公司(40:1)		1.14
18	湖北鼎艾科技公司,三年陈(30:1)	0.19	1.55	42	河南南阳艾之灵公司,陈艾绒(3:1)		3.26
19	湖北鼎艾科技公司(30:1)	0.28	0.93	43	河南南阳艾之灵公司,陈艾绒(8:1)		2.58
20	湖北鼎艾科技公司(20:1)	0.53	1.41	44	河南南阳艾之灵公司,陈艾绒(15:1)		0.66
21	湖北鼎艾科技公司(10:1)	0.56	1.85	45	河南南阳艾之灵公司,陈艾绒(30:1)		0.67
22	李时珍地道药材公司(30:1)	0.28	1.61	46	河南南阳九头仙艾(带茎秆 8:1)	0.22	1.21
23	李时珍地道药材公司(20:1)	0.42	1.92	47	湖北艾大姐公司,机械绒	<0.10	1.92
24	李时珍地道药材公司(10:1)	0.47	2.03				

注:括号内比值为叶绒比(m/m),均为各厂家(公司)自行标注;挥发油含量的单位为每 100 g 药材所含 mL 数,总黄酮含量的单位为%;部分样品因样品量不足,未测定其挥发油含量。



1. T形非腺毛 2. 叶肉组织 3. 螺旋导管 4. 具缘纹孔导管
5. 网纹导管 6. 簇晶 7. 腺毛 8. 气孔

A. 普通艾绒 B. 高纯度艾绒

图1 艾绒显微模式图

五月艾绒与正品艾绒的性状无明显差异,但两者显微特征有显著差异:五月艾绒T形毛顶细胞极细长,明显扭曲或相互缠结,直径 $5\sim 10\mu\text{m}$,长达 $1\,000\mu\text{m}$ 以上者常见,最长可超 $2\,000\mu\text{m}$;草酸钙簇晶更为细小,直径仅 $3\sim 6\mu\text{m}$;并可见副卫细胞脱离后的气孔散在,有的气孔的保卫细胞呈电话筒形及哑铃形。详见图2。

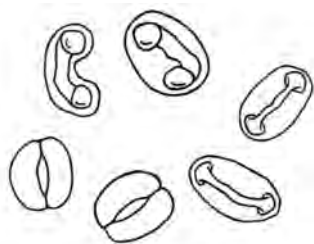
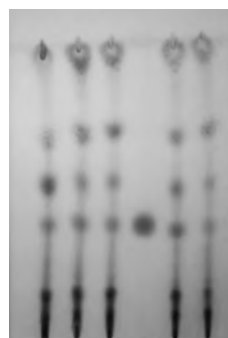


图2 五月艾绒中的气孔显微图

2.2 薄层色谱鉴别

取艾绒样品 1.0g ,置烧瓶中,加石油醚($60\sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$) 15mL ,置水浴上加热回流 30min ,冷却,滤过,滤液挥干,残渣加正己烷 0.5mL 使溶解,取上清液作为供试品溶液。取氧化石竹烯对照品 2.5mg ,溶解于 5mL 正己烷中,作为对照品溶液。吸取上述2种溶液各 $5\mu\text{L}$,点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚($60\sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$)—甲苯—丙酮($10:8:0.5, V/V/V$)为展开剂展开,取出,晾干,喷显色剂(取 20% 硫酸溶液 10mL ,缓缓加至 10mL 冰冷的冰醋酸中,加4-甲氧基苯甲醛 1mL ,再加 20% 硫酸溶液 20mL ,混匀)后,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下加热至斑点显色清晰。在自然光下,将供试品溶液色谱斑点的数目、位置比移(R_f)值和颜色与对照品色谱比较,进行鉴定分析。结果所有不同纯度或质量规格的供试品溶液色谱均有6个紫红色的主斑点。 R_f 值均分别为 $0.09, 0.16, 0.38,$

$0.54, 0.68, 0.95$ 。在与氧化石竹烯对照品色谱斑点相同的 R_f 值处,显示出1个对应的紫红色斑点。详见图3。



1 2 3 S 4 5

S. 氧化石竹烯对照品溶液 1-5. 供试品溶液(厂家编号依次为5,7,9,42,43)

图3 艾绒样品薄层色谱图

2.3 含量测定

2.3.1 挥发油

参照2015年版《中国药典(四部)》通则“2204 挥发油测定法”进行测定,其中艾绒供试品的取样量为 40.00g ,加水量为 600mL 。结果见表1。

2.3.2 总黄酮

溶液制备:取芹菜素对照品适量,精密称定,加 70% 甲醇制成每 1mL 含 0.05mg 的对照品溶液。取剪碎的样品约 1g (精确至 0.0001g),置 100mL 圆底烧瓶中,精密加入 70% 甲醇 50mL ,称定质量, $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴回流 1h ,放冷,再次称定质量,用 70% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5mL ,置 25mL 容量瓶中,加 70% 甲醇定容,摇匀,即得供试品贮备液。精密量取 1mL ,置 25mL 容量瓶中,加 70% 甲醇定容,摇匀,即得供试品溶液。

方法学考察:精密度、稳定性、重复性试验的 RSD 均小于 2% ,表明仪器精密密度良好,供试品溶液在室温下 12h 内稳定,且方法重复性良好。

测定与计算:以 70% 甲醇为空白,在 338nm 波长处测定吸光度并计算,按干燥品计算总黄酮(以芹菜素计)含量。结果见表1。可见,不同产地艾叶原料所含挥发油、总黄酮含量存在差异性^[5],导致艾绒挥发油和总黄酮含量也存在差异,其中叶绒比越高,挥发油和总黄酮的含量越低。说明艾绒的毛绒部分中这两类成分的含量低于同批艾绒制作时产生的叶肉碎末中两类成分的含量。

2.4 艾绒分级

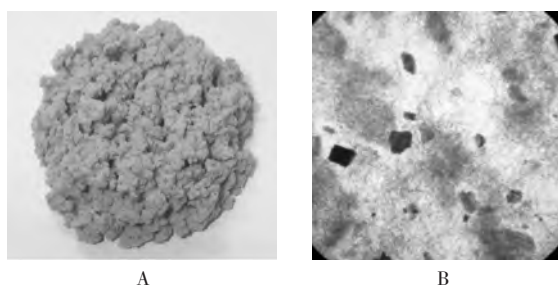
2.4.1 分级思路

由于不同叶绒比的艾绒具有不同程度的性状、显微特征差异性,结合其主要化学物质含量的差异,可将常规艾绒商品质量等级分为一、二、三级。为避免艾绒

商品中混入过多的叶片碎末,有必要建立不同等级艾绒中挥发油和总黄酮成分的最高含量限度。但作为临床公认为质量较好的陈艾绒,这两类化学物质的含量较低,故不对各艾绒等级或规格作挥发油和总黄酮含量的下限要求。

2.4.2 等级特征

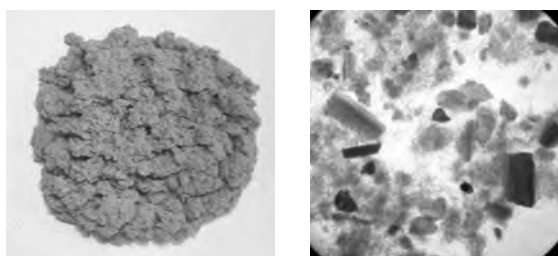
一级品:绒团表面呈灰黄色、浅褐黄色、土黄色,有许多黑色至绿黑色的叶片碎末。质轻柔绵软,手指揉捏无粗糙感且不扎手。气微香,味苦或微苦,并具极微弱或微弱的辛涩味。在显微镜下主要为相互缠绕的T形毛,其柄部几乎全部脱落,偶见柄细胞残段。叶肉碎块较少,体较小,长1000 μm 以上者仅偶见或极少见,面积在0.14 mm^2 以上者较少,不超过20个(见图4)。其挥发油含量不应高于每100 g含0.40 mL,总黄酮含量不应高于2.50%。



A. 外观性状 B. 显微镜下特征

图4 艾绒一级品特征图

二级品:绒团表面呈灰黄色、暗黄色或略带暗绿色,偶见或极少见浅黄色的粗纤维及类白色的粗颗粒,有较多至大量的黑色至绿黑色的叶片碎末。质轻柔软,手指揉捏有粗糙感但不扎手。气香,味苦、辛或微辛、微涩。在显微镜下多为相互缠绕的T形毛,T形毛的柄部绝大多数脱落,极少数保留柄细胞残段。叶肉碎块多或众多,体较大,长度1000 μm 以上者常可见,面积在0.14 mm^2 以上者较多,但不超过50个(见图5)。其挥发油含量不应高于每100 g含0.60 mL,总黄酮含量不应高于3.20%。

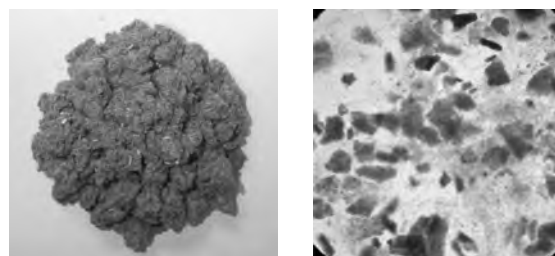


A. 外观性状 B. 显微镜下特征

图5 艾绒二级品特征图

三级品:绒团表面呈暗绿黄色或带灰绿色,少见浅黄色或绿黄色的粗纤维及类白色的粗颗粒,有极多黑色至绿黑色的叶片碎末。质轻较柔软,手指揉捏有明显糙手感并可扎手。气浓香或清香特异,味苦或极苦、

辛、微涩。在显微镜下主要为叶肉碎块及T形毛。叶肉碎块极多,体较大,长1000 μm 以上者多见,最长者可达2000 μm 以上,面积在0.14 mm^2 以上者更多。T形毛的柄部大多数脱落,少数保留柄细胞残段(见图6)。其挥发油含量不应高于每100 g含0.80 mL,总黄酮含量不应高于3.90%。



A. 外观性状 B. 显微镜下特征

图6 艾绒三级品特征图

3 讨论

商品艾绒中,除了有用储存不足1年的新艾叶所加工成的新艾绒和储存1年以上的陈艾叶所加工成的陈艾绒外,还有用传统手工艺制成的手工绒,以及经反复粉碎过筛而得到的纯度极高且呈土黄色的“黄金绒”。研究发现,新艾绒有时带灰绿色,挥发油与总黄酮含量较高;陈艾绒的挥发油与总黄酮含量水平较低;黄金绒颜色较纯正,多呈土黄色,因纯度极高,显微镜下极少见叶肉碎块;传统手工绒有分等级与不分等级之别,其中不分等级者在显微镜下主要为叶肉或叶片碎块,T形毛相对较少,且挥发油含量和总黄酮含量可分别高于每100 g含0.80 mL和3.90%。

艾绒是艾灸疗法的直接原材料,其真伪及质量优劣对艾灸疗法的医疗应用至关重要。本研究结果证明,对艾绒进行性状、显微及薄层色谱鉴定及主要化学物质的含量测定是目前对其真伪鉴别和质量分级的可靠手段。在对艾绒商品进行质量分级,建立等级鉴定方法的基础上,形成了艾绒的质量评价与等级标准。这对于规范以艾绒为原料的艾灸产品的质量,维护消费者权益,保障艾绒制品应用的安全性,进而促进艾产业的规范发展,具有积极作用。

参考文献:

- [1] 夏循礼. 中医艾灸功效的药物基础及其作用机制探讨[J]. 中医学报,2015,30(2):297-299.
- [2] 靳然,于密密,赵百孝,等. 不同年份蕲艾叶及不同比例艾绒化学成分研究[J]. 中国针灸,2010,30(5):389-392.
- [3] 陈向华,张国有,周美启,等. 艾灸的现代药理学与药理学研究探析[J]. 中国针灸,2009,29(5):428-430.
- [4] 李真真,吕洁丽,张来宾,等. 艾叶的化学成分及药理作用研究进展[J]. 国际药学研究杂志,2016,43(6):1059-1066.
- [5] 胡吉清,万定荣,蒲锐,等. 中、韩不同产地艾叶的质量评价及其道地性考察[J]. 中华中医药杂志,2019,34(2):62-66.

(收稿日期:2019-05-20;修回日期:2019-07-18)