

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2020.13.017

市售肉苁蓉饮片质量评价与分析

杨国宁¹, 毕天琛¹, 赵丹彤^{1,2△}, 李怀伟¹, 张裕民¹

(1. 山东省菏泽市食品药品检验检测研究院, 山东 菏泽 274000; 2. 山东中医药大学药学院, 山东 济南 250355)

摘要:目的 评价不同产地肉苁蓉饮片的质量。方法 按照2015年版《中国药典(一部)》相关要求对37个企业生产的46批次样品进行检验,并采用化学计量学等方法分析检验结果,综合评价市售肉苁蓉饮片的质量现状。结果 46批次样品中,41批次样品符合规定,合格率为89.13%;5批次样品不符合规定,性状、水分和总灰分不合格;综合化学计量学结果显示,存在样品质量参差不齐、水分普遍较高等问题。结论 市售肉苁蓉饮片总体质量一般,需进一步加强监管其生产、流通、使用等环节。

关键词:肉苁蓉饮片;质量分析;质量评价;药品监管

中图分类号:R932;R284.1;R286.0

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2020)13-0063-03

Quality Evaluation and Analysis of *Cistanches Herba* Decoction Pieces Sold in the Market

YANG Guoning¹, BI Tianchen¹, ZHAO Dantong^{1,2}, LI Huaiwei¹, ZHANG Yumin¹

(1 Heze Institute for Food and Drug Control, Heze, Shangdong, China 274000; 2 School of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan, Shangdong, China 250355)

Abstract: **Objective** To evaluate the quality of *cistanches herba* decoction pieces from different producing areas. **Methods** A total of 46 batches samples produced by 37 manufactures were detected according to rules of the *Chinese Pharmacopoeia* (Volume I, 2015 edition). Stoichiometry was used to analyze the test results to evaluate the quality status of decoction pieces. **Results** In the 46 batches, 41 met the stipulation and the qualification rate of *cistanches herba* decoction pieces, the qualification rate was 89.13%; 5 were unqualified, and the unqualified contents were traits, water and total ash. Comprehensive chemometrics results showed that there were problems such as uneven sample quality and generally high water content. **Conclusion** There are some problems in the general quality of *cistanches herba* decoction pieces sold in the market. It is necessary to further strengthen supervision in production, circulation and use.

Key words: *cistanches herba* decoction pieces; quality analysis; quality evaluation; drug supervision

肉苁蓉为列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 或管花肉苁蓉 *Cistanche tubulosa* (Schenk) Wight 的干燥带鳞叶的肉质茎,始载于《神农本草经》,列为上品,性温,味甘、咸,具有补肾阳、益精血、润肠通便的功效,主要分布于北半球温暖的沙漠、荒漠等干燥地带,如我国内蒙古、新疆、宁夏、甘肃等地^[1-3]。肉苁蓉含有苯乙醇苷类、苯甲醇苷类、环烯醚萜及其苷类、木质素及其苷类、单萜苷类、糖类、生物碱等化合物^[2-5],具有神经保护^[6]、抗疲劳^[7]、抗炎镇痛^[8]、保护肝脏^[9]等生理活性。为全面了解山东省肉苁蓉饮片的整体质量,保障人民用药安全,本研究中对37个生产企业的46批次肉苁蓉饮片的质量进行评价与分析,为肉苁蓉饮片的质量控制和监管提供参考。现报道如下。

1 材料与方法

2015年版《中国药典(一部)》收载的肉苁蓉药材品种包括肉苁蓉片、管花肉苁蓉片、酒苁蓉和酒管花苁蓉4种饮片规格。共抽取样品46批次,其中生产企业2批次、经营单位21批次、医疗机构23批次,抽样地域覆盖全省16个地市。其中,肉苁蓉片24批次、管花肉苁蓉片10批次、酒苁蓉10批次、酒管花苁蓉2批次。样品产地包

括新疆(34批次)、内蒙古(11批次)、甘肃(1批次)。标示生产企业37个,包括安徽(18个)、河北(7个)、山东(7个)、江西(2个)、湖北(1个)、河南(1个)、甘肃(1个)。本次抽验样品执行2015年版《中国药典(一部)》相关标准,检验项目包括性状、鉴别、检查、浸出物、含量测定等。

2 结果与分析

2.1 结果

2.1.1 抽验结果

共检验46批次样品,其中合格样品41批次,合格率为89.13%;不合格样品5批次,不合格项目为性状、水分和灰分。详见表1。

表1 肉苁蓉饮片抽验结果(n=46)

品种名称	总抽样批次(批)	合格批次(批)	合格率(%)	不合格项目
肉苁蓉片	24	22	91.67	1批次性状、水分、总灰分不合格; 1批次水分、总灰分不合格
管花肉苁蓉片	10	10	100.00	
酒苁蓉	10	7	70.00	3批次水分不合格
酒管花苁蓉	2	2	100.00	

2.1.2 性状

46批次样品中,1批次肉苁蓉片不符合规定。肉苁

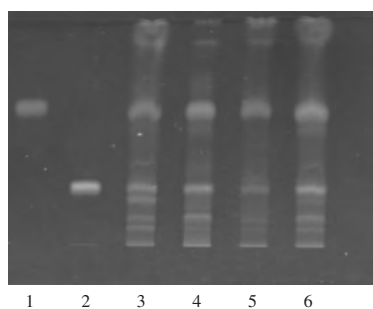
第一作者:杨国宁,男,硕士研究生,主管药师,研究方向为药品质量评价与标准,(电子信箱) yguoning@163.com。

△通信作者:赵丹彤,女,在读博士研究生,主管药师,研究方向为中药现代化及质量控制,(电子信箱) 195783113@qq.com。

蓉片均呈不规则形厚片,表面棕褐色或灰棕色,部分可见肉质鳞叶,多已断裂;切面均有排列成波状环纹的点状维管束,维管束呈淡棕色或棕黄色;气微,味甜、微苦。其中1批次样品不符合规定,部分样品表面及切面覆盖白色霜状粉末,气微,味咸、微苦,疑似加盐增重,或切片前未将表面咸味洗净导致。酒苁蓉形如肉苁蓉片,表面黑棕色,切面均有排列成波状环纹的点状维管束,质柔润,略有酒气香,味甜、微苦。管花肉苁蓉片和酒管花苁蓉均符合规定。

2.1.3 鉴别

46批次样品均符合规定。样品薄层色谱图中,在与松果菊苷和毛蕊花糖苷对照品溶液相应位置上显相同蓝白色斑点。详见图1。



1. 松果菊苷对照品溶液 2. 毛蕊花糖苷对照品溶液
3. 肉苁蓉片供试品溶液 4. 管花肉苁蓉片供试品溶液
5. 酒管花苁蓉供试品溶液 6. 酒苁蓉供试品溶液

图1 肉苁蓉薄层色谱图

2.1.4 检查

水分:肉苁蓉片和酒苁蓉水分在9.0%~10.0%范

围内,接近标准规定上限值,其中2批次肉苁蓉片、3批次酒苁蓉水分不符合规定;管花肉苁蓉和酒管花苁蓉水分均符合规定。可见,与管花肉苁蓉相比,肉苁蓉水分整体较高,尤其是酒苁蓉,提示应在炮制、运输和贮存过程中注意水分检测和控制。详见图2A。

总灰分:肉苁蓉饮片总灰分在4.0%~7.0%范围内,有2批次肉苁蓉片接近上限,2批次超过上限。通过分析采收和炮制过程发现,可能因杂质未彻底洗净等因素形成污染。详见图2B。

浸出物:46批次样品均符合规定,且肉苁蓉(肉苁蓉片和酒苁蓉)浸出物含量为59.2%~66.6%[比标准规定最低限度值(35.0%)高出0.7~0.9倍],普遍高于管花肉苁蓉(管花肉苁蓉片和酒管花苁蓉)的34.0%~48.4%[相对标准规定最低限度值(25.0%)高出0.4~0.9倍]。详见图2C。

2.1.5 样品含量测定

含量测定结果用松果菊苷和毛蕊花糖苷含量之和表示,46批次样品均符合规定。肉苁蓉(肉苁蓉片和酒苁蓉)含量测定结果均高于标准规定限度最低值(0.30%),分布在0.57%~3.57%范围内;管花肉苁蓉(管花肉苁蓉片和酒管花苁蓉)含量均高于标准规定限度最低值(1.5%),主要分布在1.6%~7.9%范围内。不同样品含量测定结果差异较大,表明样品质量参差不齐。详见图3。

2.2 综合分析

2.2.1 系统聚类分析

采用SPSS 19.0统计学软件分析,采用系统聚类分

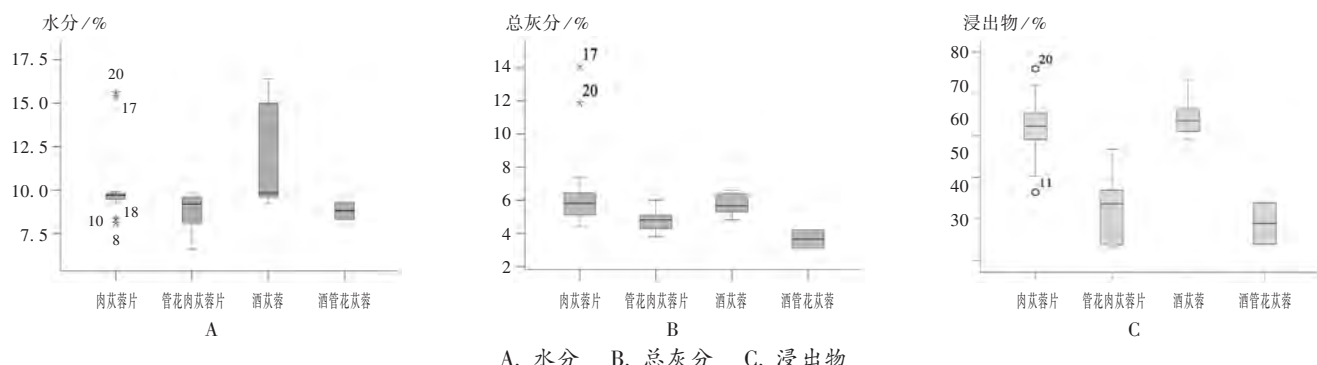


图2 肉苁蓉饮片水分、总灰分和浸出物测定结果箱式图

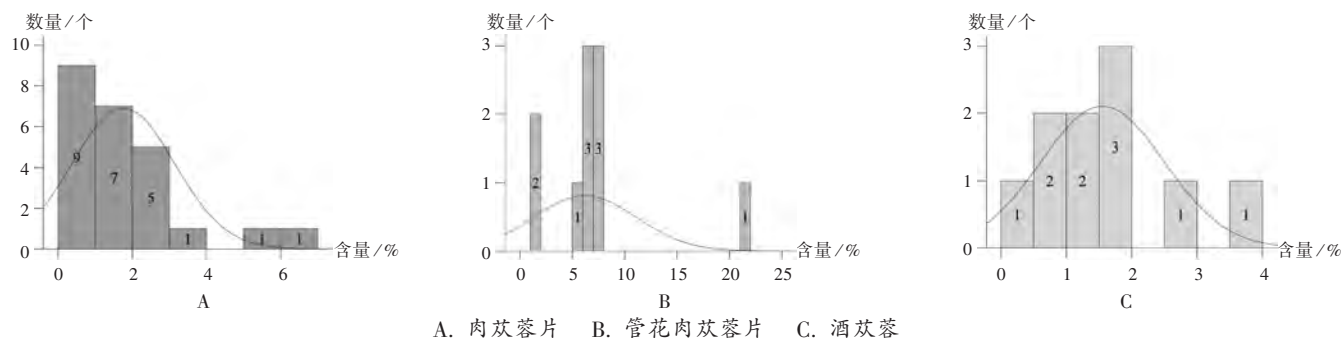


图3 肉苁蓉片、管花肉苁蓉片、酒苁蓉含量测定分布直方图

析法,选用组间联接法,以平方 Euclidean 距离为量度,分析 24 批次肉苁蓉片样品松果菊苷和毛蕊花糖苷含量,评价不同产地样品间的差异。详见图 4。可见,依据所测定成分的含量被聚为 2 类,样品 Y2 和 Y5 聚为 I 类,其余样品聚为 II 类。其中,II 类又可分为 2 个亚类;Y4, Y7, Y13, Y16 聚为 1 个亚类,其余聚为另 1 个亚类。统计结果显示, Y2, Y4, Y5, Y7, Y13, Y16 含量测定结果比其他样品略高,且产地均为新疆,表明新疆肉苁蓉中松果菊苷和毛蕊花糖苷含量较高。

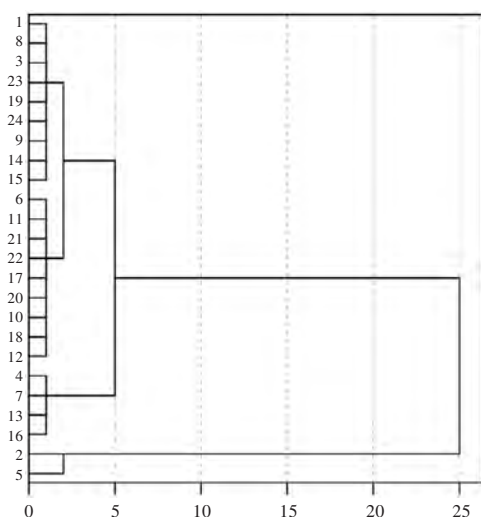


图 4 24 批次肉苁蓉片的聚类分析图

2.2.2 相关性分析

采用 SPSS 19.0 统计学软件,对 24 批次肉苁蓉片的水分、总灰分、浸出物和含量测定进行相关性分析。结果见表 2。总灰分和水分测定结果呈高度正相关,和毛蕊花糖苷含量结果呈正相关,由于肉苁蓉富含苯乙醇苷类、苯甲醇苷类^[2-5]等,使其易吸收水分和吸附杂质。松果菊苷、

表 2 水分、总灰分、浸出物和含量测定结果相关性分析结果
(n=24)

项目	相关性	水分	总灰分	浸出物	松果菊苷含量	毛蕊花糖苷含量	总含量
水分	Pearson 相关性	1	0.869**	0.376	0.026	0.387	0.087
	显著性(双侧)		0.000	0.070	0.902	0.062	0.687
总灰分	Pearson 相关性	0.869**	1	0.199	0.138	0.477*	0.201
	显著性(双侧)	0.000		0.351	0.519	0.018	0.347
浸出物	Pearson 相关性	0.376	0.199	1	-0.055	-0.077	-0.062
	显著性(双侧)	0.070	0.351		0.798	0.720	0.773
松果菊苷含量	Pearson 相关性	0.026	0.138	-0.055	1	0.650**	0.992**
	显著性(双侧)	0.902	0.519	0.798		0.001	0.000
毛蕊花糖苷含量	Pearson 相关性	0.387	0.477*	-0.077	0.650**	1	0.740**
	显著性(双侧)	0.062	0.018	0.720	0.001		0.000
总含量	Pearson 相关性	0.087	0.201	-0.062	0.992**	0.740**	1
	显著性(双侧)	0.687	0.347	0.773	0.000	0.000	

注:**为在 0.01 水平(双侧)上显著相关;*为在 0.05 水平(双侧)上显著相关。

毛蕊花糖苷和总含量之间均呈高度正相关。可见,松果菊苷对于总含量结果的影响略高于毛蕊花糖苷。

3 讨论

我省市售肉苁蓉饮片的质量情况总体一般。主要存在以下几方面问题:1)1 批次性状不符合规定,存在加盐增重等问题;2)2 批次总灰分不符合规定,部分表面粘附细小沙粒等杂质;3)肉苁蓉饮片整体水分含量偏高,接近标准规定上限值,尤其是肉苁蓉片和酒苁蓉,其中 5 批次样品的水分超过标准规定;4)部分厂家肉苁蓉饮片命名不规范,存在肉苁蓉和管花肉苁蓉混用现象。目前,肉苁蓉和管花肉苁蓉药理作用的异同已有报道^[10-12],是否能混用仍需进一步研究。建议生产企业应加强原料的质量控制,进一步规范生产加工过程,加强对运输和贮存环境的监控,相关部门应加强对生产、流通、使用等环节的监管。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:376-377.
- [2] 彭芳,徐荣,徐常青,等. 肉苁蓉药用及其食疗历史考证[J]. 中国中药杂志,2017,52(5):377-383.
- [3] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(第 69 卷)[M]. 北京:科学出版社,1990:83.
- [4] 张宝艳. 肉苁蓉化学成分的研究概况[J]. 海峡药学,2015,27(5):53-56.
- [5] 丁燕,张开梅,苍小鑫,等. 肉苁蓉属化学成分及生物活性研究进展[J]. 大连工业大学学报,2016,35(6):395-402.
- [6] LI N, WANG JP, MA J, et al. Neuroprotective effects of Cistanche Herba therapy on patients with moderate Alzheimer's disease[J]. Evidence Based Complementary and Alternative Medicine, 2015, 12(1):1-12.
- [7] 杨宏新,杨勇,闫晓红. 肉苁蓉抗运动性疲劳机制的实验研究[J]. 中国中医药信息杂志,2008,15(4):24-28.
- [8] NAN ZD, ZENG KW, SHI SP, et al. Phenylethanoid glycosides with anti-inflammatory activities from the stems of cistanche deserticola cultured in Tarim desert[J]. Fitoterapia, 2013, 89:167-174.
- [9] MORIKAWA T, PAN YN, NINOOMIYA K, et al. Acylated phenylethanoid oligoglycosides with hepatoprotective activity from the desert plant Cistanche tubulosa[J]. Bioorganic and Medicinal Chemistry, 2010, 18(5):1882-1890.
- [10] 宗桂珍,何伟,武桂兰,等. 不同品种肉苁蓉药材一些药理作用的比较[J]. 中国中药杂志,1996,21(7):436-437.
- [11] 施大文,何松春,蒋莹,等. 中药肉苁蓉及其同属生药对免疫功能及脂质过氧化的作用[J]. 上海医科大学学报, 1995, 22(4):306-308.
- [12] 张勇,吴煥,王顺年,等. 肉苁蓉类药材及其炮制品通便作用的比较研究[J]. 中成药,1993,15(5):20-21.

(收稿日期:2019-09-27;修回日期:2020-01-25)