

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2022.07.021

## 内蒙古药品评价性抽验中肉苁蓉质量分析

张欣华<sup>1</sup>, 高 寒<sup>1</sup>, 王 嘉<sup>2</sup>, 袁新敏<sup>3</sup>, 王 栋<sup>1△</sup>

(1. 内蒙古自治区药品检验研究院·内蒙古自治区中蒙药标准研究重点实验室, 内蒙古 呼和浩特 010000;  
2. 上海医药集团青岛国风药业股份有限公司, 山东 青岛 266510; 3. 内蒙古自治区医疗器械检验检测研究院,  
内蒙古 呼和浩特 010020)

**摘要:**目的 了解内蒙古自治区市场肉苁蓉的整体质量。方法 抽取全区9个市(盟)肉苁蓉样品23批和正品肉苁蓉15批, 依据2015年版《中国药典(一部)》肉苁蓉质量标准进行检验, 分析检验数据, 并评价肉苁蓉的质量; 建立正品肉苁蓉及正品管花肉苁蓉的高效液相色谱图, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)软件进行分析, 生成其特征图谱, 确定共有峰, 并计算与含量测定结果合格样品(简称检品)肉苁蓉特征图谱的相似度。结果 23批肉苁蓉样品中, 按现行质量标准检验合格9批, 不合格12批, 2批无法判定, 不合格率为52.17%; 不合格项均为水分。21批检品中, 管花肉苁蓉9批, 肉苁蓉12批。检品管花肉苁蓉与正品管花肉苁蓉特征图谱的相似度为0.947~0.996, 检品肉苁蓉与正品肉苁蓉特征图谱的相似度为0.557~0.903; 15批正品肉苁蓉有效成分共有峰总峰面积值的平均值(5 795 705)是12批检品肉苁蓉总峰面积平均值(2 925 364)的1.98倍。结论 肉苁蓉可能因炮制不当而造成其有效成分大量流失。市售肉苁蓉的总体质量偏低, 存在肉苁蓉和管花肉苁蓉混用现象, 需进一步加强监管。

**关键词:** 肉苁蓉; 中药材; 中药饮片; 专项抽验; 质量分析; 特征图谱

中图分类号: R932; R284.1; R286.0

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2022)07-0085-04

## Quality of Cistanches Herba in Drug Evaluation Sampling and Inspection in Inner Mongolia

ZHANG Xinhua<sup>1</sup>, GAO Han<sup>1</sup>, WANG Jia<sup>2</sup>, YUAN Xinmin<sup>3</sup>, WANG Dong<sup>1</sup>

(1. Inner Mongolian Institute for Drug Control · Inner Mongolia Key Laboratory for Standard Research of the Chinese and Mongolian Medicine, Huhhot, Inner Mongolia, China 010000; 2. Sph Qingdao Growful Pharmaceutical Co., Ltd., Qingdao, Shandong, China 266510; 3. Inner Mongolian Medical Equipment Inspection and Testing Institute, Huhhot, Inner Mongolia, China 010020)

**Abstract: Objective** To understand the overall quality of Cistanches Herba in the market of Inner Mongolia Autonomous Region.

**Methods** A total of 23 batches of Cistanches Herba samples and 15 batches of genuine Cistanches Herba were collected from nine cities (leagues) in the region. The samples were tested according to the quality standard of Cistanches Herba in the *Chinese Pharmacopoeia* (Volume I, 2015 Edition) and the test data was analyzed to evaluate the quality of Cistanches Herba. The chromatograms of genuine *Cistanche deserticola* and genuine *Cistanche tubulosa* were established by the high-performance liquid

第一作者: 张欣华, 女, 硕士, 主管药师, 研究方向为中蒙药质量标准, (电子信箱) zhangxh83@126.com。

△通信作者: 王栋, 男, 大学本科, 副主任中药师, 研究方向为中蒙药质量标准, (电子信箱) wangdongnm@sina.com。

中国医药科技出版社, 2020: 437.

含量分析方法研究[J]. 食品与药品, 2020, 22(6): 432-436.

[2] 李立理, 徐 可, 张 菁, 等. HPLC法测定利巴韦林滴眼液中抑菌剂的含量[J]. 中国药品标准, 2020, 21(5): 424-428.

[9] 杨 梅, 肖 瑶, 张 亿. HPLC同时测定双氯芬酸钠滴眼液中3种抑菌剂的含量[J]. 中国现代应用药学, 2019, 36(10): 1236-1239.

[3] 刘文龙, 黄余燕, 钟娜娜. HPLC法测定氧氟沙星滴眼液中羟苯乙酯的含量[J]. 海峡药学, 2019, 31(3): 61-63.

[10] 楼永军, 左丽丽. 甲磺酸帕珠沙星滴眼液中抑菌剂含量的考察[J]. 中国卫生检验杂志, 2019, 29(2): 166-167.

[4] 张冬梅, 李玉杰, 王 松, 等. HPLC法测定妥布霉素滴眼液中5种抑菌剂[J]. 药学研究, 2019, 38(8): 464-467.

[11] 刘荷英, 周 敏, 程奇珍, 等. 马来酸噻吗洛尔滴眼液中抑菌剂的质量控制[J]. 中国药房, 2015, 26(7): 995-999.

[5] 李伟栋, 苑艳飞, 王维欣, 等. 酒石酸溴莫尼定滴眼液抑菌剂苯扎溴铵剂量筛选研究[J]. 中国医药工业杂志, 2019, 50(11): 1324-1328.

[12] 林文铭. 盐酸卡替洛尔滴眼液中抑菌剂含量的测定方法研究[J]. 实用药物与临床, 2018, 21(10): 1184-1187.

[6] 逢焕欢, 高 磊, 杨志宏, 等. 建立HPLC法测定盐酸洛美沙星滴眼液中5种抑菌剂[J]. 中国抗生素杂志, 2018, 43(6): 709-714.

[13] 李 珏, 王知坚, 相露婷. 苄达赖氨酸滴眼液中抑菌剂的检测与评价[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(5): 884-888.

[7] 张 艳, 杨 颖. 高效液相色谱法测定诺氟沙星滴眼液中羟苯甲酯、羟苯乙酯、羟苯丙酯含量[J]. 中国药业, 2017, 26(21): 20-22.

[14] 李 翔, 许 威. HPLC法测定加替沙星滴眼液中抑菌剂羟苯乙酯的含量[J]. 安徽医药, 2011, 15(7): 832-833.

[8] 方夏琴, 檀华进, 靳雯臻, 等. 苯磺贝他斯汀滴眼液中苯扎氯铵

[15] 周文琛. 眼用制剂中抑菌剂的使用[J]. 药品评价, 2020, 17(1): 26-27.

(收稿日期: 2021-06-12; 修回日期: 2021-09-15)

chromatography (HPLC) method and analyzed by the software of Similarity Evaluation System of Chromatographic Fingerprints of Traditional Chinese Medicine (Version 2012) to generate their characteristic chromatograms, determine the common peaks, and calculate the similarity with the characteristic chromatograms of the *Cistanches Herba* samples with qualified content (hereinafter referred to as samples tested). **Results** Among the 23 batches of *Cistanches Herba* samples, 9 batches were qualified, 12 batches were unqualified and 2 batches could not be determined according to the current quality standard, the unqualified rate was 52.17% and all unqualified items were moisture. Among 21 batches of samples tested, there were 9 batches of *Cistanche tubulosa* and 12 batches of *Cistanche deserticola*. The similarity between the characteristic chromatograms of *Cistanche tubulosa* samples tested and the genuine *Cistanche tubulosa* was 0.947 – 0.996. The similarity between the characteristic chromatograms of the *Cistanche deserticola* samples tested and the genuine *Cistanche deserticola* was 0.557 – 0.903. The average value (5 795 705) of the total peak area of the common peaks of the active ingredients in 15 batches of genuine *Cistanche deserticola* was 1.98 times that of the average value (2 925 364) of the total peak area of 12 batches of *Cistanche deserticola* samples tested. **Conclusion** The effective ingredients of *Cistanches Herba* may be lost due to improper processing. The overall quality of commercial *Cistanches Herba* is low, and there is a phenomenon of mixed use of *Cistanche deserticola* and *Cistanche tubulosa*, which needs to be further supervised.

**Key words:** *Cistanches Herba*; Chinese medicinal materials; decoction pieces of traditional Chinese medicine; special sampling and inspection; quality analysis; characteristic chromatogram

肉苁蓉是我国传统名贵补益类中药材,始载于《神农本草经》,列为上品,有“沙漠人参”之称<sup>[1]</sup>,多分布于内蒙古、新疆、甘肃、宁夏等荒漠地区<sup>[2-3]</sup>,味甘、咸,性温和,具有补肾阳、益精血、滋目清风、润肠通便功效,广泛用于治疗阳痿、不孕、腰膝酸软、筋骨无力、肠燥便秘等症<sup>[4-6]</sup>。其主要含有苯乙醇苷、木脂素、多糖、生物碱、挥发油等成分<sup>[7-13]</sup>,具有抗衰老、保肝、缓解疲劳、抗骨质疏松、润肠通便等多种生物活性<sup>[14]</sup>。2015年版《中国药典(一部)》<sup>[15]</sup>收录的肉苁蓉为列当科肉苁蓉属植物肉苁蓉 *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。为此,本研究中依据肉苁蓉项下规定,对内蒙古自治区内抽取的23批肉苁蓉样品开展专项抽验工作,同时将采集及收集到的正品肉苁蓉药材与肉苁蓉含量测定结果合格的样品(简称检品)进行了特征图谱的对比分析,为全面评价肉苁蓉药材及饮片的质量提供了参考。现报道如下。

## 1 抽验情况

本次专项抽验中,收到内蒙古自治区9个市(盟)、共23批肉苁蓉,包括20批饮片与3批药材,涉及6个省区市的22家生产企业。其中,肉苁蓉12批,管花肉苁蓉11批。采集与收集15批正品肉苁蓉和10批正品管花肉苁蓉,经内蒙古自治区药品检验研究院王栋副主任中药师鉴定为正品。

## 2 方法与结果

### 2.1 法定标准检验

#### 2.1.1 仪器与试药

仪器:ME5型电子天平(德国赛多利斯公司,精度为百万分之一);Mettler AE-100型电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司,精度为万分之一);KQ-500DE型

数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司,功率为500 W,频率为40 kHz);20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司)。

试药:松果菊苷对照品(批号为111670-201706,纯度为89.7%),毛蕊花糖苷对照品(批号为111530-201713,纯度为92.5%),京尼平苷酸对照品(批号为111828-201604,纯度为97.4%),均购自中国食品药品检定研究院;肉苁蓉苷A对照品(批号为MUST-18031504,纯度为95.84%),2'-乙酰毛蕊花糖苷对照品(批号为MUST-18031504,纯度为99.28%),异毛蕊花糖苷对照品(批号为MUST-18083110,纯度为99.16%),均购自成都曼斯特生物科技有限公司;8-表马钱子酸对照品(上海钰博生物科技有限公司,批号为82509-41-9,纯度不低于98%);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为高纯水。

#### 2.1.2 检查项目<sup>[15]</sup>及结果

性状:未发现不合格样品,但有2批样品为肉苁蓉与管花肉苁蓉的混合品,其中大部分为管花肉苁蓉,掺有少许肉苁蓉。

薄层色谱鉴别:23批肉苁蓉检验结果均符合规定,合格率为100%。供试品溶液薄层色谱图中,在与毛蕊花糖苷和松果菊苷对照品溶液色谱相应位置显相同颜色的荧光斑点。

水分:9批管花肉苁蓉及2批肉苁蓉与管花肉苁蓉混合品的结果均符合规定,12批肉苁蓉均不符合规定。

总灰分:23批肉苁蓉检验结果均符合规定。

浸出物:21批肉苁蓉检验结果符合规定;其余2批肉苁蓉为肉苁蓉与管花肉苁蓉的混合品,因《中国药典》中肉苁蓉及管花肉苁蓉浸出物限度分别为不得少于35.0%和25.0%,限度值不同,故无法判定2批肉苁蓉

混合品的结果。

含量测定:21批肉苁蓉检验结果符合规定;其余2批肉苁蓉为肉苁蓉与管花肉苁蓉的混合品。因《中国药典》中肉苁蓉及管花肉苁蓉含量测定限度分别为含松果菊苷( $C_{35}H_{46}O_{20}$ )和毛蕊花糖苷( $C_{29}H_{36}O_{15}$ )的总量不得少于0.30%和1.5%,限度值不同,故无法判定2批肉苁蓉混合品的结果。

检验结果:合格9批,不合格12批,2批无法判定结果,不合格率为52.17%。不合格项目为检查项中的水分项,且不合格的均为肉苁蓉,管花肉苁蓉的水分项均合格。

## 2.2 肉苁蓉及管花肉苁蓉特征图谱研究

### 2.2.1 色谱条件

色谱柱:Alltima  $C_{18}$ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5  $\mu$ m);流动相:乙腈(A) - 0.1% 甲酸水溶液(B),梯度洗脱(0~22 min时5%A → 15%A, 22~55 min时15%A → 20%A, 55~65 min时20%A → 15%A);检测波长:237 nm;流速:1.0 mL/min;柱温35℃;进样量:10  $\mu$ L。

### 2.2.2 溶液制备

取京尼平苷酸、8-表马钱子酸、松果菊苷、肉苁蓉苷A、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷、2'-乙酰毛蕊花糖苷对照品适量,精密称定,加甲醇溶解,稀释成质量浓度为0.2 mg/mL的混合对照品溶液。取样品粉末(过4号筛)1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇50 mL,超声(功率为250 W,频率为40 kHz)提取30 min,放冷后用70%甲醇补足减失的质量,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

### 2.2.3 特征图谱建立

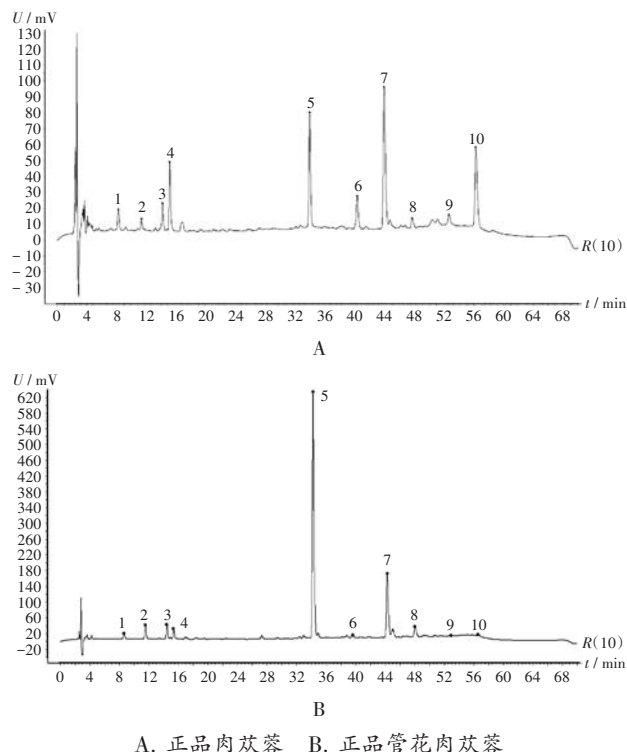
取2.1.2项下含量测定结果合格的12批肉苁蓉样品和9批管花肉苁蓉样品粉末,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件分别进样测定,得各样品的高效液相色谱图,通过中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)软件进行分析,分别生成正品肉苁蓉及正品管花肉苁蓉的特征图谱。详见图1。

### 2.2.4 特征峰标定

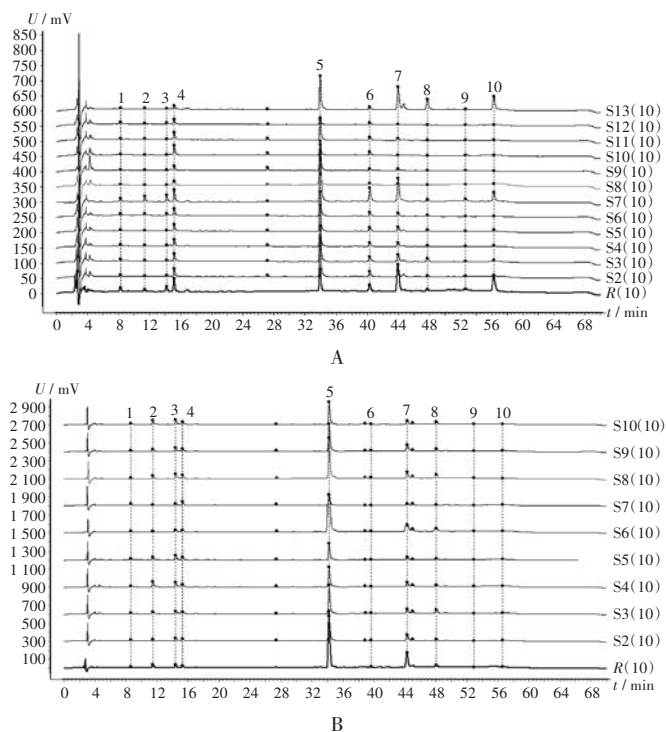
根据正品肉苁蓉及正品管花肉苁蓉特征图谱检测结果,分别各标定10个共有峰。经过与对照品比对,可知2号峰为京尼平苷酸,4号峰为8-表马钱子酸,5号峰为松果菊苷,6号峰为肉苁蓉苷A,7号峰为毛蕊花糖苷,8号峰为异毛蕊花糖苷,10号峰为2'-乙酰毛蕊花糖苷。

### 2.2.5 特征图谱分析结果

将12批检品肉苁蓉与正品肉苁蓉的特征图谱、9批检品管花肉苁蓉与正品管花肉苁蓉的特征图谱进行相似度计算,特征图谱匹配图见图2。各批检品管花肉苁蓉



A. 正品肉苁蓉 B. 正品管花肉苁蓉  
图1 高效液相色谱特征图谱  
A. Genuine *Cistanche deserticola* B. Genuine *Cistanche tubulosa*  
Fig. 1 HPLC characteristic chromatograms



A. 12批检品肉苁蓉与正品肉苁蓉 B. 9批检品管花肉苁蓉与正品管花肉苁蓉  
图2 高效液相色谱叠加特征图谱  
A. 12 batches of *Cistanche deserticola* samples tested and genuine *Cistanche deserticola* B. 9 batches of *Cistanche tubulosa* samples tested and genuine *Cistanche tubulosa*  
Fig. 2 Superimposed HPLC characteristic chromatograms

蓉与正品管花肉苁蓉特征图谱的相似度为0.947~0.996,说明检品管花肉苁蓉与正品管花肉苁蓉相似度良好;各批检品肉苁蓉与正品肉苁蓉特征图谱的相似度为0.557~0.903,且大部分集中在0.555~0.667,说明检品肉苁蓉与正品肉苁蓉间存在一定差异。

为说明检品肉苁蓉与正品肉苁蓉有效成分含量的不同,分别计算各批检品肉苁蓉与正品肉苁蓉共有峰的总峰面积值(表1)。可知,15批正品肉苁蓉共有峰总峰面积值的平均值(5 795 705)约为12批检品肉苁蓉共有峰总峰面积值平均值(2 925 364)的1.98倍,说明检品肉苁蓉中有效成分含量大量减少,品质变差。因正品肉苁蓉未经炮制,而检品肉苁蓉多为炮制品,故可能因炮制不当而造成肉苁蓉中有效成分的大量流失。

表1 12批检品肉苁蓉与15批正品肉苁蓉共有峰总峰面积  
Tab.1 Comparison of total peak area of common peaks between 12 batches of *Cistanche deserticola* samples tested and 15 batches of genuine *Cistanche deserticola*

| 样品    | 批次 | 总峰面积      | 样品    | 批次 | 总峰面积      |
|-------|----|-----------|-------|----|-----------|
| 检品肉苁蓉 | 1  | 3 440 793 | 正品肉苁蓉 | 1  | 3 365 688 |
|       | 2  | 3 367 055 |       | 2  | 4 267 201 |
|       | 3  | 2 178 987 |       | 3  | 2 214 477 |
|       | 4  | 2 583 451 |       | 4  | 5 136 714 |
|       | 5  | 2 387 998 |       | 5  | 5 561 317 |
|       | 6  | 7 693 625 |       | 6  | 5 385 772 |
|       | 7  | 1 680 178 |       | 7  | 8 397 932 |
|       | 8  | 2 115 042 |       | 8  | 8 285 119 |
|       | 9  | 1 402 344 |       | 9  | 6 299 435 |
|       | 10 | 1 989 827 |       | 10 | 4 423 895 |
|       | 11 | 1 064 103 |       | 11 | 3 491 854 |
|       | 12 | 5 200 967 |       | 12 | 5 974 408 |
|       |    |           |       | 13 | 5 734 649 |
|       |    |           |       | 14 | 8 404 639 |
|       |    |           |       | 15 | 9 992 479 |

3 讨论

通过本次专项抽验工作,发现存在同批肉苁蓉饮片中有肉苁蓉和管花肉苁蓉混合的现象,因药典中肉苁蓉及管花肉苁蓉浸出物及含量测定的限度不同,故无法判定这2项的结果。

检品肉苁蓉的含量测定项虽符合药典规定,但通过对检品肉苁蓉与收集的未经炮制的正品肉苁蓉特征

图谱的比对发现,检品肉苁蓉的有效成分总量较收集的正品肉苁蓉的有效成分总量

大量减少,可能由检品肉苁蓉的炮制不当所致。

综上所述,应建立药材专项抽样的长效机制;加强对肉苁蓉生产、加工、流通、使用多环节的监管,不断完善和修订标准方法;建立合理的机制,将评价抽验中发现的质量问题及时反馈给生产企业,保证肉苁蓉的质量,保障公众用药的安全性和有效性。

参考文献

[1] 朱晓玉,刘 雄,高建德,等. 肉苁蓉资源概况及药理作用新进展[J]. 甘肃中医药大学学报,2016,33(4):91-94.

[2] 屠鹏飞,郭玉海,等. 荒漠肉苁蓉及其寄主梭梭栽培技术[M]. 北京:科学出版社,2015:53-55.

[3] 刘国钧. 肉苁蓉及其人工种植[M]. 北京:中国劳动社会保障出版社,2003:6-8.

[4] 高云佳,姜 勇,戴 昉,等. 肉苁蓉润肠通便的药效物质研究[J]. 中国现代中药,2015,17(4):307-310.

[5] GU L, XIONG WT, ZHUANG YL, et al. Effects of *Cistanche Deserticola* Extract on Penis Erectile Response in Castrated Rats [J]. Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences, 2016, 29(2):557-562.

[6] WANG T, ZHANG XY, XIE WY. *Cistanche Deserticola* YC Ma, "Desert Ginseng": A Review [J]. The American Journal of Chinese Medicine, 2012, 40(6):1123-1141.

[7] MORIKAWA T, XIE HH, PAN YN, et al. A review of biologically active natural products from a desert plant *Cistanche tubulosa* [J]. Chem Pharm Bull(Tokyo), 2019, 67(7):675-689.

[8] FU ZF, FAN X, WANG XY, et al. *Cistanches Herba*: An overview of its chemistry, pharmacology, and pharmacokinetics property [J]. J Ethnopharmacol, 2018, 219:233-247.

[9] LI ZM, LIN HN, GU L, et al. *Herba Cistanche* (Rou Cong - Rong): One of the best pharmaceutical gifts of traditional Chinese medicine [J]. Front Pharmacol, 2016, 7:41.

[10] 刘晓明,姜 勇,孙永强,等. 肉苁蓉化学成分研究[J]. 中国药学杂志,2011,46(14):1053-1058.

[11] 龚华梦,胡 辉,刘源才. HPLC测定肉苁蓉配方颗粒的含量及指纹图谱研究[J]. 华西药理学杂志,2018,33(6):513-517.

[12] LI RY, ZHAO MB, TU PF, et al. Simultaneous determination of five phenylethanoid glycosides in *Cistanches Herba* using quantitative analysis of multi-components by single marker [J]. Journal of Chinese Pharmaceutical Sciences, 2019, 28(8):537-546.

[13] 路颖慧,皮雯敏,张 悦,等. 肉苁蓉和管花肉苁蓉的比较研究及市场现状分析[J]. 中国现代中药,2019,21(8):999-1005.

[14] 彭 芳,徐 荣,徐常青,等. 肉苁蓉药用及其食疗历史考证[J]. 中国药学杂志,2017,52(5):377-383.

[15] 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,2015:135.

(收稿日期:2021-05-14;修回日期:2021-09-13)

本栏目  
重庆药友制药有限责任公司  
协办