

当年采集的望江南子(来源:望江南),其子叶为黄色,并非为修订标准中描述的桔黄色。故该项描述不列入标准。修订后的标准性状符合 2 种来源药材,具体如下:“呈扁卵形,直径 3~4 mm。表面灰绿色或灰棕色,微有光泽,两面中央均有一椭圆形凹陷,外周有少数放射状或白色易脱落网状细条纹,一端具一喙状突起。种脐位于喙状突起的一侧。质坚硬,子叶 2。”

2.3 溪黄草

本品为《浙江炮规》2005 年版不常用品种,2015 年版拟对其性状进行修订。本品为唇形科植物线纹香茶菜 *Rabdosia lophanthoides* (Buch.-Ham. ex.D.Don) Hara 或细花线纹香茶菜 *Rabdosia lophanthoides* (Buch.-Ham.ex.D.Don) Hara Var. *graciliflora* (Benth.) Hara 的干燥全草。

本属另有数种药材,如冬凌草、香茶菜,分别为来源不同的香茶菜属植物。除冬凌草收载于中国药典 2015 年版外,溪黄草及香茶菜均收载于地方标准,其饮片性状相似,标准并无有效的质控方法。市场使用情况比较复杂。

在标准复核中发现,部分样品有混杂其他来源

香茶菜属植物的情况。鉴定其为同属植物毛叶香茶菜 *Rabdosia Japonica* (Burman f.) hara, 来源不符合规定。根据毛叶香茶菜叶较大,茎粗,全株被密柔毛,且腺点不明显的特点,复核标准时对溪黄草和毛叶香茶菜的性状及显微特征进行了比较详细的比较,将有鉴定意义的内容收入标准。建议后续对其成分进行系统性研究,建立能准确鉴别溪黄草来源的质量分析方法。

3 小结

此次炮制规范的修编,使标准更符合实际。修订了上版炮制规范的部分错误,根据实际情况增加了部分饮片的用药部位和来源,对部分《浙江炮规》2005 年版不常用品种增加了性状及其他检验项目,提高了标准的准确性。同时在标准的复核中也发现了一些问题,并及时纠正,有些有待于后续的完善和提高。

REFERENCES

- [1] 中国药典.一部[S].2015:28.
- [2] 中国药典.一部[S].2010:27.
- [3] 林瑞超.中国药材标准名录[M].北京:科学出版社,2011:465.

收稿日期:2016-03-30

浙麦冬质量标准的制定及探讨

李正,陈勇,马临科*,祝明,蒋慧莲(浙江省食品药品检验研究院,杭州 310052)

摘要:目的 介绍《浙江省中药炮制规范》2015 年版浙麦冬标准的增订情况。方法 分析目前浙麦冬与川麦冬存在的差异,对增订项目的缘由及操作要点进行探讨。结果 通过外观特征、显微鉴别、薄层色谱、指纹图谱、含量测定等测定项目,形成了浙麦冬质量标准。结论 增订的质量标准可有效控制浙麦冬的质量。

关键词:麦冬;质量标准;浙江省中药炮制规范 2015 年版

中图分类号:R284

文献标志码:B

文章编号:1007-7693(2016)06-0795-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2016.06.030

Establish and Discuss the Quality Standard of Ophiopogonis Radix from Zhejiang Province

LI Zheng, CHEN Yong, MA Linke*, ZHU Ming, JIANG Huilian(Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310052, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To discuss the revision of the Ophiopogonis Radix from Zhejiang province. **METHODS** The major difference between Ophiopogonis Radix from Zhejiang province and from Sichuan province were analyzed. The reason for the newly added procedures were also investigated. **RESULTS** The quality standard of Ophiopogonis Radix from Zhejiang

基金项目: 国家科技重大专项(2014ZX09304307-002)

作者简介: 李正,男,硕士,主管中药师 Tel: (0571)86459425
任中药师 Tel: (0571)86459425 E-mail: malinke@zjyj.org.cn

E-mail: lizheng@zjyj.org.cn *通信作者: 马临科,男,硕士,副主任

province were of description, microscopic characteristics, TLC, fingerprint, content of flavones and saponin. **CONCLUSION** The quality standards can be used for effective control of *Ophiopogonis Radix* from Zhejiang province.

KEY WORDS: *Ophiopogonis Radix*; quality standard; Zhejiang Province Standards of Processing Chinese Crud Drugs 2015 Edition

麦冬为百合科植物麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L.f) Ker-Gawl.的干燥块根, 夏季采挖, 洗净, 反复暴晒、堆置, 至七八成干, 除去须根, 干燥制成; 性甘、微苦、微寒, 有养阴生津、润肺清心之效^[1], 在神农本草经即被列为上品, 主要栽培于浙江和四川两省, 习称“浙麦冬”和“川麦冬”^[2]。本品作为中国药典收载品种, 始载于1953年版, 其后各版药典均有收录, 各版本标准均未从质量上区分浙麦冬和川麦冬。但浙麦冬作为独立的规格, 质量标准现已收载在浙江省食品药品监督管理局颁布的《浙江省中药炮制规范》2015年版麦冬项下, 究其原因, 浙麦冬与川麦冬在历史使用习惯、外观特征、显微鉴别、薄层色谱、指纹图谱、黄酮类与皂苷类成分含量方面均存在明显差异。

1 本草考证与历史沿革

唐代陈藏器的《本草拾遗》所载: “出江宁者小润, 出新安者大白。其苗大者如鹿葱, 小者如韭叶, 大小有三四种, 功效相似, 其子圆碧”。所谓新安者“大白”一句, 应是浙江淳安一带, 可能指杭麦冬而言。宋代苏颂《本草图经》所载“叶青似莎草, 长及尺余, 四季不凋。根黄白色, 有须, 根作连珠形, 似麦颗粒, 故名麦门冬。四月开淡红花如红蓼花, 实碧而圆如珠。江南出者, 叶大者苗如粗葱, 小者如韭, 大小有三、四种, 功用相似, 或云吴地者尤胜。”其所述大致与《本草拾遗》相似。明代李时珍《本草纲目》中记载“古人惟用野生者, 后世所用多是种莳而成……浙中来者甚良。”近代曹炳章《增订伪药条辨》中记载“麦门冬, 出杭州笕桥者, 色白有神, 为最佳。安徽宁国七宝, 浙江余姚出者, 名花园子, 肥短体重, 心粗, 色白带黄, 略次, 近时市用, 以此种最多, 四川出者, 色呆白短实, 质重性梗, 亦次。湖南衡州来阳县等处亦出, 名采阳子, 中匀, 形似川子, 亦不地道。”据此所述, 均评价浙麦冬是麦冬药材中的最佳品, 与现代认为浙麦冬为麦冬的道地药材相符。因此, 浙麦冬与川麦冬在历史使用上地位不同。

2 质量比较

麦冬其化学成分主要有皂苷类、黄酮类、多糖与氨基酸等^[3-5]。研究共收集了浙麦冬与川麦冬样品各10批, 分别从外观性状、显微特征、薄层色谱、指纹图谱和含量测定等方面比较, 发现两者存在显著性差异。

2.1 外观性状差异

根据收集的20批样品的外观性状特征, 浙麦冬与川麦冬的比较见表1, 药材见图1。认为浙麦冬外观存在“纵纹明显”、“中柱明显且有韧性”、“嚼之有黏性”等3个明显特征。

表1 浙麦冬与川麦冬性状比较

Tab. 1 The difference of description between *Radix Ophiopogonis* from Zhejiang province and Sichuan province

项目	浙麦冬	川麦冬
外形	纺锤形, 两端渐尖, 纵纹明显	纺锤形, 两端钝尖, 纵纹不明显
色泽	淡黄色	淡黄色或黄白色
质地	质韧, 断面类白色 中柱明显且有韧性	质韧, 断面类白色 中央有细小中柱
气味	芳香浓郁	气微
其他	嚼之有黏性	嚼之黏性不明显

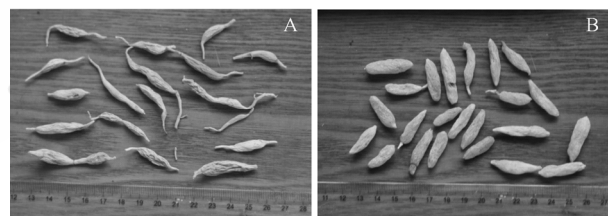


图1 麦冬药材外观

A-浙麦冬; B-川麦冬。

Fig. 1 Description of *Radix Ophiopogonis*

A-*Radix Ophiopogonis* from Zhejiang province; B-*Radix Ophiopogonis* from Sichuan province.

2.2 浙麦冬与川麦冬样品显微特征

两者显微特征较接近, “中柱明显”在横切面上也有所表现, 见图2。

2.3 薄层色谱差异

取样品2g, 剪碎, 加三氯甲烷-甲醇(7:3)混合溶液20mL, 浸泡3h, 超声处理30min, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加三氯甲烷0.5mL使溶解, 作为供试品溶液。吸取样品溶液, 分别点于同一

硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以石油醚(60~90 °C)-乙酸乙酯(8:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254 nm)下检视; 或者喷以 10%硫酸乙醇溶液显色, 置紫外光灯(365 nm)下检视。浙麦冬与川麦冬两者存在明显区别, 见图 3。

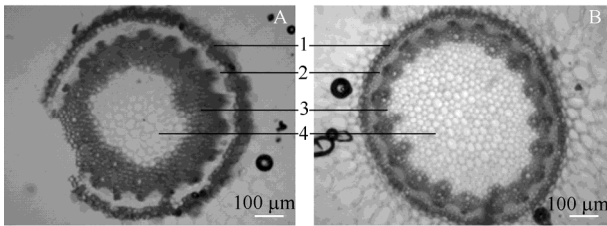


图 2 麦冬药材横切面
A-浙麦冬; B-川麦冬; 1-内皮层; 2-韧皮部; 3-木质部; 4-髓。

Fig. 2 Transectin of Radix Ophiopogonis
A-Radix Ophiopogonis from Zhejiang province; B-Radix Ophiopogonis from Sichuan province; 1-endoderm; 2-phloem; 3-xylem; 4-pith.

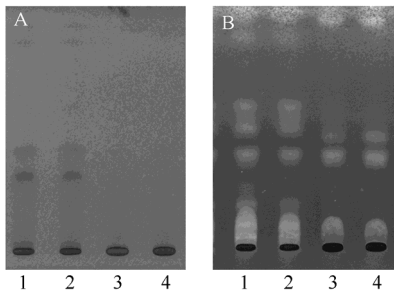


图 3 薄层色谱图
A-254 nm 检视; B-365 nm 检视; 1-浙麦冬(ZMD01); 2-浙麦冬(ZMD02); 3-川麦冬(CMD01); 4-川麦冬(CMD02)。

Fig. 3 TLC chromatograms
A-observation under 254 nm; B-observation under 365 nm; 1-Radix Ophiopogonis from Zhejiang province(ZMD01); 2-Radix Ophiopogonis from Zhejiang province(ZMD02); 3-Radix Ophiopogonis from Sichuan province(CMD01); 4-Radix Ophiopogonis from Sichuan province(CMD02).

2.4 指纹图谱差异

通过目前相关文献的研究分析, 麦冬的指纹图谱报道较少, 且多为川麦冬的指纹图谱研究, 而针对浙麦冬与川麦冬指纹图谱比较研究较少。林以宁^[6]、陈有根^[7]和白晶等^[8]对麦冬的指纹图谱进行了比较研究, 但他们在黄酮类成分上多为针对川麦冬进行分析研究。通过文献对麦冬的黄酮类化学成分研究发现^[9-10], 浙麦冬黄酮类成分与川麦冬区别较大、信息更多, 且与多种活性相关^[11-12]。浙麦冬含有 6-醛基-7-甲氧基异麦冬黄酮 B 及 Ophiopogonanone D 成分, 而川麦冬几乎不含该成分, 浙麦冬的甲基麦冬二氢高异黄酮 A 及甲基二氢高异黄酮 B 峰面积均比川麦冬要高。因此, 以甲基麦冬二氢高异黄酮 A、甲基二氢高异黄酮 B

为参照物对浙麦冬及川麦冬的黄酮类成分进行了指纹图谱研究, 同时采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2004 版(国家药典委员会)建立浙麦冬^[13]及川麦冬的指纹图谱, 将两者进行比较研究。建立的指纹图谱比较见图 4。

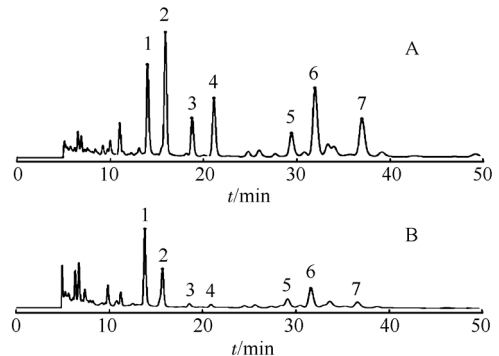


图 4 麦冬对照指纹图谱
A-浙麦冬; B-川麦冬; 1-甲基麦冬二氢高异黄酮 A; 2-甲基麦冬二氢高异黄酮 B; 3-6-醛基-7-甲氧基异麦冬黄酮 B; 4-Ophiopogonanone D。

Fig. 4 Fingerprint chromatogram of Radix Ophiopogonis
A-Radix Ophiopogonis from Zhejiang province; B-Radix Ophiopogonis from Sichuan province; 1-methyllophiopogonanone A; 2-methyllophiopogonanone B; 3-6-aldehyde-7-methoxy ISO Ophiopogon flavanone B; 4-Ophiopogonanone D.

以浙麦冬指纹图谱为对照, 对收集的浙麦冬与川麦冬样品进行指纹图谱的测定, 计算相似度, 结果川麦冬相似度均<0.8, 两者在黄酮类成分上差异明显, 所建立的指纹图谱可作为道地药材的鉴别手段。结果见表 2。

2.5 成分含量的差异

2.5.1 甲基麦冬二氢高异黄酮 A 及甲基二氢高异黄酮 B 含量的差异 在指纹图谱的基础上, 优化了甲基麦冬二氢高异黄酮 A 及甲基二氢高异黄酮 B 的测定条件, 建立了含量测定的方法^[13], 色谱图见图 5。分别测定了收集的浙麦冬与川麦冬样品, 结果浙麦冬中甲基麦冬二氢高异黄酮 A 的含量为 0.10~0.18 mg·g⁻¹, 甲基麦冬二氢高异黄酮 B 的含量为 0.12~0.23 mg·g⁻¹; 而川麦冬中甲基麦冬二氢高异黄酮 A 的含量为 0.03~0.09 mg·g⁻¹, 甲基麦冬二氢高异黄酮 B 的含量为 0.02~0.04 mg·g⁻¹。两者在浙麦冬中的含量显著高于川麦冬的含量, 结果见表 2。

2.5.2 龙脑苷含量差异 经过对收集样品的成分分析的比较, 发现川麦冬不含有龙脑苷, 据此, 制定了 HPLC-ELSD 测定浙麦冬中龙脑苷含量的方法^[14], 色谱图见图 6。经测定, 浙麦冬龙脑苷的

含量为 0.09~0.25 mg·g⁻¹, 结果见表 2。

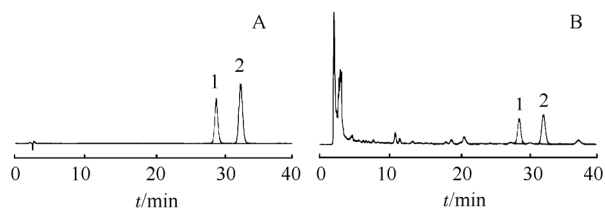


图 5 高效液相色谱图

A-混合对照品; B-麦冬样品; 1-甲基麦冬二氢高异黄酮 A; 2-甲基麦冬二氢高异黄酮 B。

Fig. 5 HPLC chromatogram

A-mixture of reference substance solution; B-sample solution; 1-methylphlopiogonanone A; 2-methylphlopiogonanone B.

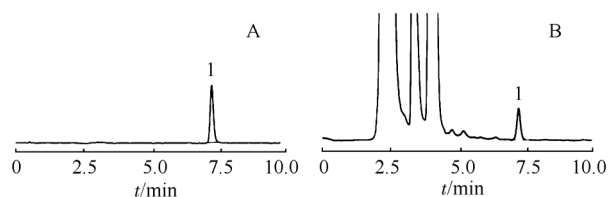


图 6 高效液相色谱图

A-对照品; B-麦冬样品; 1-龙脑苷。

Fig. 6 HPLC chromatogram

A-reference substance solution; B-sample solution; 1-borneol glycoside.

表 2 麦冬样品测定结果

Tab. 2 Test results of Radix Ophiopogonis

品种	编号	相似度	甲基麦冬二	甲基麦冬二	龙脑苷/ mg·g ⁻¹
			氢高异黄酮 A/mg·g ⁻¹	氢高异黄酮 B/mg·g ⁻¹	
浙麦冬	ZMD01	0.957	0.15	0.17	0.16
	ZMD02	0.936	0.11	0.12	0.15
	ZMD03	0.984	0.10	0.16	0.15
	ZMD04	0.994	0.18	0.23	0.11
	ZMD05	0.991	0.11	0.23	0.14
	ZMD06	0.988	0.11	0.22	0.09
	ZMD07	0.947	0.16	0.16	0.20
	ZMD08	0.989	0.18	0.22	0.23
	ZMD09	0.980	0.12	0.16	0.16
	ZMD10	0.957	0.13	0.18	0.25
川麦冬	CMD01	0.723	0.06	0.03	/
	CMD02	0.716	0.06	0.03	/
	CMD03	0.716	0.05	0.02	/
	CMD04	0.734	0.03	0.02	/
	CMD05	0.703	0.05	0.02	/
	CMD06	0.758	0.09	0.04	/
	CMD07	0.776	0.06	0.03	/
	CMD08	0.795	0.04	0.02	/
	CMD09	0.743	0.07	0.04	/
	CMD10	0.848	0.06	0.03	/

3 讨论

浙麦冬是著名的“浙八味”之一, 原产于杭州笕桥、萧山、慈溪等地, 具有形状短壮饱满, 色泽黄亮、滋黏糯性、味甘气清香的特点, 优质地道, 闻名国内外。但是市场上主要以川麦冬的产销为主, 因为川麦冬与浙麦冬的种植年限存在极大差异, 川麦冬以栽后第 2 年收获作为药材, 而浙麦冬以栽后第 4 年收获作为药材, 加之近年来由于麦冬药材价格不高, 种植浙麦冬的经济效益更低, 极大地挫伤了农户的种植积极性, 造成了药农纷纷放弃种植浙麦冬的情况。目前浙麦冬的主产区集中在慈溪、三门等地, 在杭州市境内, 作为药材的麦冬已经失去踪迹, 而在慈溪, 浙麦冬的种植面积也在逐年减少, 这对浙麦冬种质资源也造成了一定的破坏^[15]。保护浙麦冬种质资源, 发展浙麦冬经济迫在眉睫。

浙麦冬与川麦冬是否质量一致, 是否有必要建立浙麦冬独立的质量标准, 值得研究。上述研究表明, 浙麦冬从历史使用习惯、外观性状、显微特征方面与川麦冬有区别, 从成分分析上, 在黄酮类成分的含量上与川麦冬有区别, 在皂苷类成分的种类和含量上与川麦冬有区别, 因此, 川麦冬与浙麦冬不能作为质量完全一致的药品, 不能用统一的标准控制川麦冬与浙麦冬。两者应区别对待。

《浙江省中药炮制规范》2015 年版颁布的浙麦冬的质量标准, 可以有效区分浙麦冬与川麦冬, 同时可更好地控制浙麦冬的质量, 为扩大浙麦冬市场, 保护浙麦冬的种质资源, 发展浙麦冬经济发挥重要作用。

另外, “浙八味”作为浙江省传统的道地药材, 均存在标准方面无法区分道地药材与非道地药材、市场方面道地药材的产销量不高等相似的问题, 该标准的建立, 同时也为如何更好地保护其他传统道地药材, 发展道地药材经济提供了新思路和方法。

REFERENCES

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2015: 155-156.
- [2] 余伯阳, 徐国钧. 中药麦冬的资源利用研究[J]. 中草药, 1995, 26(4): 205-225.
- [3] 马海波. 麦冬化学成分的研究[D]. 北京: 北京中医药大学, 2013.
- [4] 张义萍, 陈建真, 敖志辉, 等. 麦冬不同种属、产地和部位

- 的活性成分研究进展[J]. 中国实用医药, 2008, 3(10): 191.
- [5] 陈屏, 徐东铭, 雷军. 麦冬化学成分及药理作用的研究现状[J]. 长春中医学院学报, 2004, 20(1): 35-36.
- [6] 林以宁, 志田保夫, 袁博, 等. 不同产地麦冬的指纹图谱比较研究[J]. 中国药科大学学报, 2005, 36(6): 538-542.
- [7] 陈有根, 鄂国庆, 戴俊东, 等. 麦冬指纹图谱研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2008, 15(4): 56-58.
- [8] 白晶, 于治国. 麦冬的 HPLC 指纹图谱分析方法研究[J]. 中成药, 2007, 29(1): 12-13.
- [9] LIN Y N, ZHU D N, QI J, et al. Characterization of homoisoflavonoids in different cultivation regions of *Ophiopogon japonicus* and related antioxidant activity [J]. J Pharm Biomed Anal, 2010, 52(5): 757-762.
- [10] TRAN M H, CAO VAN T, NGUYEN T D, et al. Homoisoflavonoid from the roots of *Ophiopogon japonicus* and their *in vitro* anti-inflammation activity [J]. Bioorg Med Chem Lett, 2010, 8(20): 2412-2416.
- [11] DE MEY E, DE MAERE H, DEWULF L, et al. Assessment of the N-nitrosopiperidine formation risk from piperine and piperidine contained in spices used as meat product additives [J]. Eur Food Res Tech, 2014, 238(3): 477-484.
- [12] YI F Z, JIN Q I, ZHU D N, et al. Homoisoflavonoids from *Ophiopogon japonicus* and its oxygen free radicals (OFRs) scavenging effects [J]. Chin J Nat Med, 2008, 6(3): 201-204.
- [13] 朱海花, 祝明, 蒋慧莲, 等. 浙麦冬黄酮类成分指纹图谱及 2 种黄酮类化合物的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(7): 85-88.
- [14] 俞建平, 马月光, 邵建峰, 等. ELSD-HPLC 法测定浙麦冬、川麦冬中麦冬皂苷 D 含量的方法研究[J]. 中药新药与临床药理, 2002, 13(4): 253-255.
- [15] 简美玲, 李荷, 毛润乾. 麦冬种质资源的研究进展[J]. 广东药学院学报, 2011, 27(5): 549-551.

收稿日期: 2016-04-01

灵芝孢子粉质量标准提高研究

张文婷¹, 徐靖², 程夏倩³, 李明焱⁴, 黄琴伟¹, 郭增喜¹, 赵维良^{1*} (1.浙江省食品药品检验研究院, 杭州 310052; 2.浙江省珍稀植物药工程技术研究中心, 浙江 武义 321200; 3.浙江省儿童医院, 杭州 310052; 4.武义寿仙谷中药饮片有限公司, 浙江 武义 321200)

摘要: 目的 建立灵芝孢子粉的 HPLC 特征图谱及三油酸甘油酯的含量测定方法。方法 采用 ACCHROM Unitary-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相为乙腈-异丙醇(51 : 49), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 柱温为 30 °C, 检测器为蒸发光散射检测器。结果 建立了灵芝孢子粉 HPLC 特征图谱, 确定了 10 个共有峰, 指认了其中 8 个共有峰的成分分别为三亚油酸甘油酯、二亚油酸油酸甘油酯、二亚油酸棕榈酸甘油酯、二油酸亚油酸甘油酯、棕榈酸油酸亚油酸甘油酯、三油酸甘油酯、二油酸棕榈酸甘油酯和二油酸硬脂酸甘油酯。三油酸甘油酯进样量在 0.613 2~18.40 μg(r=0.998 9) 内与峰面积线性关系良好, 平均加样回收率为 104.1%(RSD=1.8%)。结论 特征图谱结合三油酸甘油酯的含量测定, 能更好地控制灵芝孢子粉的质量。

关键词: 灵芝孢子粉; 三油酸甘油酯; 特征图谱; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.5

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2016)06-0799-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2016.06.031

Studies on Improving Quality Standard of *Ganoderma Lucidum* Spore

ZHANG Wenting¹, XU Jing², CHENG Xiaqian³, LI Mingyan⁴, HUANG Qinwei¹, GUO Zengxi¹, ZHAO Weiliang^{1*} (1.Zhejiang Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310052, China; 2.Zhejiang Province Rare Plant Medicine Engineering Technology Research Center, Wuyi 321200, China; 3.The Children's Hospital, Zhejiang University School of Medicine, Hangzhou 310052, China; 4.Wuyi Shouxiangu Traditional Chinese Medicine Decoction Pieces Co., Ltd., Wuyi 321200, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a specific HPLC chromatogram of *Ganoderma lucidum* spore and a method for determination of triolein. **METHODS** The chromatographic separation was performed on an ACCHROM Unitary-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm) with the mobile phase of acetonitrile-isopropanol(51 : 49). The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ at

作者简介: 张文婷, 女, 主任中药师 Tel: (0571)87180337
Tel: (0571)86452373 E-mail: zwl@zjyj.org.cn

E-mail: leozhw@163.com *通信作者: 赵维良, 男, 硕士, 主任中药师