· 中药工业 ·

质量常数方法应用于麸炒苍术饮片等级评价研究合

石佳¹, 章军², 赵小亮³, 荆文光^{1*}, 张雪婷², 刘静², 刘安², 马双成¹

- 1.中国食品药品检定研究院,北京 100050;
- 2. 中国中医科学院 中药研究所, 北京 100700;
- 3. 中国中医科学院 医学实验中心, 北京 100700

[摘要] 目的:将质量常数中药饮片等级划分方法应用于麸炒苍术饮片的等级评价中,以期建立合理的麸炒苍术饮片等级标准。方法:收集来自主要中药材交易市场及其道地产区、主产区的不同厂家、不同规格、不同批号、不同产地的 22 批麸炒苍术饮片样品,对其外观形态参数、指标成分含量进行测定,通过计算其质量常数 (A) 及百分质量常数 (A%) 对 22 批麸炒苍术饮片样品进行等级划分。结果:所收集的 22 批麸炒苍术饮片样品的 A 为 0.92~3.37;若将麸炒苍术样品分为 3 个等级,一等品为 4%>80% (A>2.70) 的麸炒苍术饮片,共有 1 批;二等品为 50%<4%<80% 的麸炒苍术饮片 (1.69<4<2.70),共有 11 批;其余 10 批为三等品,即 4%<50% (A<1.69) 的饮片。结论:质量常数方法用于划分麸炒苍术饮片等级是可行的,能更为全面、客观地反映不同等级麸炒苍术饮片的质量。

[关键词] 质量常数;饮片等级;麸炒苍术;商品规格

[中图分类号] R283 [文献标识码] A [文章编号] 1673-4890(2021)12-2148-07

doi:10. 13313/j. issn. 1673-4890. 20201214004

Grade Evaluation of Atractylodis Rhizoma Pieces Stir-fried with Bran: Based on Quality Constant

SHI Jia¹, ZHANG Jun², ZHAO Xiao-liang³, JING Wen-guang^{1*}, ZHANG Xue-ting², LIU Jing², LIU An², MA Shuang-cheng¹

- 1. National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China;
- 2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China;
 - 3. Experimental Research Center, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China

[Abstract] Objective: To apply quality constant to the grade evaluation of Atractylodis Rhizoma pieces stir-fried with bran (ARPB) and thereby to establish a reasonable grading standard of this herbal pieces. Methods: A total of 22 batches of ARPB of different specifications from different manufacturers in the geo-authentic producing areas, main producing areas, and Chinese medicinal material markets were collected, and the morphological parameters and marker content were determined. Furthermore, the quality constant(A)and percentage quality constant (A%) were calculated in an attempt to grade the samples. Results: The A of the samples ranged from 0.92 to 3.37. If the samples were classified into three grades, 1 batch fell into grade A (A%>80%, A>2.70), 11 in grade B (50%<A%<80%, 1.69<A<2.70), and 10 in grade C (A%<50%, A<1.69). Conclusion: Quality constant is a viable method for grading ARPB, which can comprehensively and objectively reflect the quality of different grades of ARPB.

[Keywords] quality constant; grade of medicinal pieces; Atractylodis Rhizoma stir-fried with bran; commodity specification

麸炒苍术为苍术炮制品,生品苍术为菊科植物 A. chinensis (DC.) Koidz. 的干燥根茎 $^{\square}$ 。其味辛、茅苍术 Atractylodes lancea (Thunb.) DC. 或北苍术 苦,性温,归脾、胃、肝经,主要功效为燥湿健脾、

^{△ [}基金项目] 国家自然科学基金项目(81703945); 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-JX-27); 北京市科委"十病十药" 研发专项(Z171100001717029)

[[]通信作者] 荆文光,助理研究员,研究方向:中药质量标准;Tel: (010) 53852101, E-mail: jingwenguang@nifdc.org.cn

^{· 2148 ·}

祛风散寒,多用于湿阻中焦、脘腹胀满等□。现代药 理研究表明, 苍术具有抗心律失常、降血压、利尿、 保肝、抗炎、抗菌、调整胃肠运动功能等作用[2-8], 为中医临床常用药,具有较高的药用价值。但近年 来,由于需求量大,过度采挖导致苍术的野生资源 日趋枯竭。经市场调研, 麸炒苍术相较生品苍术在 市场上更受欢迎,分析可能是由于经麸炒后《中华人 民共和国药典》(以下简称《中国药典》) 2020年版 中苍术含量测定指标成分——苍术素显著升高,从而 疗效更佳[9]。当前,市面上的麸炒苍术饮片因其临床 疗效显著、应用范围广泛、饮片数量逐渐减少造成 供不应求的市场状态。为避免出现以次充好、价格 背离价值等不良市场现象, 亟须一套合理规范的麸 炒苍术饮片质量等级划分标准。目前, 国家颁布的 《七十六种药材商品规格标准》[10]中指出,苍术药材 均为统货, 只规定了药材中部直径的下限, 并未对 其等级划分提出相关标准。故麸炒苍术饮片的等级 划分更需尽快明确,为该饮片质量控制、市场的规 范提供参考。

质量常数中药饮片等级评价方法是一种将传统的外观形态指标与现代质量控制指标相结合的一种综合性中药饮片等级评价方法,已成功应用于泽泻、合欢皮、天麻[11-18]等多味中药的质量等级评价中[19],具有一定的客观性、强适应性和可量化等特点。本研究将该方法应用于麸炒苍术饮片的评级研究中,可为麸炒苍术饮片质量标准的制定提供思路,为该饮片的有序交易提供帮助,将该方法应用于不规则形状饮片的质量分级,探究其对不规则形状饮片质量评级的适用性。

1 材料

1.1 仪器

LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司,DGC-20A型在线脱气系统、SIL-20A型自动进样系统、CTO-20A型柱温箱、SPD-M20A型二极管阵列检测); KQ-100型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); BS224S型十万分之一电子分析天平、TE212-L型百万分之一电子分析天平(德国赛多利斯公司); 6孔恒温水浴锅(浙江余姚电讯仪表公司); 甲醇(美国Fisher公司,色谱纯); 纯净水(北京娃哈哈分公司)。

1.2 试药

对照品苍术素 ($C_{13}H_{10}O$, 江西佰草源生物科技有限公司, 批号: BCY-01000, 纯度 \geq 98%)。

从主要中药材交易市场及其道地产区、主产区的不同厂家收集不同规格、不同批号、不同产地的22 批麸炒苍术饮片样品,经中国中医科学院刘安研究员鉴定均为正品。样品信息见表1,22 批麸炒苍术饮片样品形态见图1。

表1 22 批麸炒苍术饮片样品信息

编号	产地	厂家	批号	规格
1	河北	北京四方中药饮片有限公司	18110306	_
2	河北	北京四方中药饮片有限公司	18062202	_
3	河北	北京四方中药饮片有限公司	18062204	_
4	河北	北京四方中药饮片有限公司	18062203	_
5	河北	北京仟草中药饮片有限公司	181119002	_
6	江苏	北京三和药业有限公司	80180601	_
7	江苏	北京三和药业有限公司	90180103	_
8	河北	北京华邈药业有限公司	DD7201	_
9	江苏	康美(北京) 药业有限公司	181161811	_
10	内蒙古	安国市昌达中药材饮片有限公司	1809001	_
11	河北	北京人卫中药饮片有限公司	18111701	_
12	内蒙古	_	_	_
13	内蒙古	_	_	统货
14	辽宁	_	160615	选货
15	河北	_	SB6201	选货
16	河北	_	SB6201	一等
17	河北	_	SB6201	二等
18	内蒙古	_	1606007	三等
19	内蒙古	_	1606006	统货
20	内蒙古	_	1405001	统货
21	内蒙古	_	1606180202	一等
22	内蒙古	_	1511130162	_

注:一表示该批饮片无厂家信息或无规格信息。

2 方法

2.1 质量常数

质量常数中药饮片等级评价方法已应用于甘草等多味中药的等级评价中[[1-19], 其主要定义为单位中药中指标成分的质量与其饮片厚度平方之比, 质量常数越大即饮片质量越优[11]。

该方法中质量常数等级划分方法的基本公式针 对不同形态饮片有不同程度的变化,故需结合饮片 特点选择公式。苍术饮片在《中国药典》2020年版

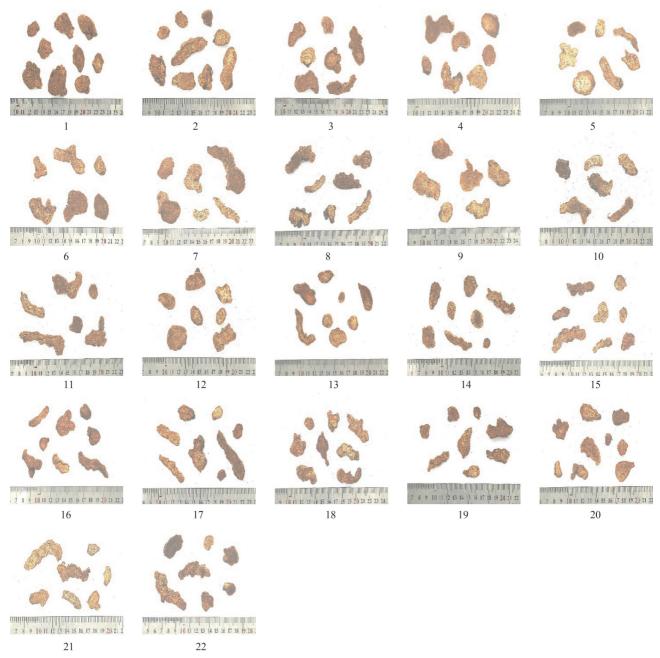


图 1 22 批麸炒苍术饮片样品的形态

中描述:"本品不规则类圆形或条形厚片"^[1]。在《七十六种药材商品规格标准》中指出其均为统货,但规定了药材中部直径的下限^[10]。《中药材商品规格质量鉴别》中描述:"本品以个肥大、质坚实者为佳"^[20]。《中国药典》1963年版、1977年版、《500味常用中药材的经验鉴别》均以个大、坚实者为佳^[21]。中华中医药学会《中药材商品规格等级标准汇编(226种)》^[22]中也以单位质量内所含苍术药材的个数为等级划分依据,即个大者为佳。《200种中药材商品电子交易规格等

级标准》中对苍术饮片等级划分的依据为"饮片直 径及片大者重量的占比",即饮片越大越好^[23]。且在 一定范围内,饮片越薄除了彰显切制工艺的高超外, 还具有较好的溶出度。综上,在苍术传统等级评价 中尤以"质重片薄者"质佳。

质量常数等级方法在中药饮片的等级划分中考虑饮片体积(外观大小)及厚度(切制工艺)2个参数,针对不同切制方法所导致切面(切面面积,即体积与厚度之比)形态各异的饮片有不同程度的

变形,如顶刀片甘草、顺刀片天麻等,以上原药材形态均匀,通常可简化为圆柱体或类球形,饮片切面可简化为类圆形和矩形,其原药材形态是饮片的选择切制方式的重要原因之一。但苍术由于不同原药材间形态有所差异,故切制方式上"横切""纵切"均有,饮片切面形态较不规则,且由于传统品质评价上以"质重者"质佳,故该饮片的等级划分上不以体积、切面面积为参数,选取质量为参数,选择公式(1)计算。

$$A=m\times c/h^2 \tag{1}$$

式中,A为质量常数,m为饮片平均质量,c为指标成分含量,h为饮片平均厚度。

《中国药典》2020年版中含量评价指标为苍术素,因此,A即饮片优劣与m、c成正比,与h成反比。

2.2 麸炒苍术样品形态参数的测定

在麸炒苍术的商品规格中,其饮片质重者为佳,结合公式 (1),从每批麸炒苍术饮片样品中随机选取 3 组,每组选取 100 个麸炒苍术饮片为测量对象,求出其m;以螺旋测微器测量其h。

2.3 麸炒苍术样品的含量测定

苍术素为作为苍术中的主要有效成分,具有健脾功效,可能是苍术健脾的物质基础之一,也是苍术麸炒后含量显著升高的成分^[9]。《中国药典》2020年版中规定含苍术素不得少于0.30%^[1]。

- **2.3.1** 色谱条件 选用Thermo BDS HYPERSIL C_{18} 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),以甲醇-水(79:21)为流动相;柱温:40 °C;流速:1 mL·min⁻¹;检测波长:340 nm。理论板数按苍术素峰计算应不低于5000^[1]。
- **2.3.2** 对照品溶液的制备 取苍术素对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度为 20 μg·mL⁻¹的溶液、即得。
- 2.3.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50 mL,密塞,称定质量,超声处理(功率:250 W,频率:40 kHz)1h,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。
- 2.3.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

3 结果与分析

3.1 麸炒苍术饮片样品的形态参数测定结果

麸炒苍术饮片的形态参数结果详见表 2,该饮片的厚度为 0.34~0.53 cm,变化幅度较小,可知切制工艺的差异性较小,分析可能与麸炒苍术饮片质地软硬相关,从而便于控制切制规格。22 批麸炒苍术饮片中 2和17号样品厚度最大,9号样品厚度最小,其厚度分布图详见图 2。麸炒苍术饮片平均质量为 0.63~1.36 g,变化幅度较大,分析可能与该饮片为切制前药材个体差异较大相关。22 批饮片中 14号样品质量最小,3号样品质量最大,其质量分布图见图 3。

表 2 22 批麸炒茶术的形态参数及计算结果

表 2 22 批麸炒苍术的形态参数及计算结果						
编号	m/g	h/cm	c/%	A	A%/%	
9	0.95	0.34	0.41	3.37	100	
22	0.90	0.42	0.50	2.55	76	
3	1.36	0.49	0.45	2.55	76	
21	0.78	0.39	0.48	2.46	73	
4	1.20	0.47	0.43	2.34	69	
6	1.11	0.46	0.44	2.31	69	
7	1.35	0.49	0.39	2.19	65	
5	1.12	0.49	0.41	1.91	57	
18	0.80	0.44	0.46	1.90	56	
8	0.99	0.48	0.43	1.85	55	
11	1.04	0.50	0.42	1.75	52	
13	0.78	0.47	0.48	1.69	50	
10	1.02	0.51	0.42	1.65	49	
15	0.66	0.45	0.50	1.63	48	
1	1.25	0.49	0.31	1.61	48	
2	1.19	0.53	0.38	1.61	48	
16	0.66	0.47	0.52	1.55	46	
20	0.71	0.45	0.44	1.54	46	
17	0.80	0.53	0.49	1.40	41	
12	0.98	0.49	0.31	1.27	38	
14	0.63	0.46	0.34	1.01	30	
19	0.74	0.42	0.22	0.92	27	

3.2 麸炒苍术饮片指标成分含量测定结果

在《中国药典》2020年版中规定含苍术素不得少于0.20%^[1]。对所收集的22批麸炒苍术样品进行测定,结果显示,该22批麸炒苍术饮片均符合《中国药典》2020年版规定,其质量分数为0.22%~0.52%,变化幅度差异较大。22批麸炒苍术饮片中

含量最高的为16号样品,最低为19号样品,最高者与最低者相差1倍,见表2,含量分布图见图4。

3.3 质量常数

22批麸炒苍术饮片的质量常数计算结果见表2,若将饮片分为3个等级,一等品为质量评价结果在前20%的饮片,二等品为质量评价结果在20%~50%的饮片,其余为三等品,其对应的评定结果:一等麸炒苍术 A≥2.70,二等麸炒苍术 1.69≤A<2.70,三等麸炒苍术 A<1.69。22 批麸炒苍术饮片中有1批符合一等品标准,11批符合二等品标准,其余为三等品。22 批麸炒苍术饮片的质量分布图、枸橼酸含量分布图、质量常数分布图、百分质量常数见图3~6。

通过分析麸炒苍术饮片各评价指标与等级关系,讨论3个关键指标对麸炒苍术饮片等级划分的影响,结果见表3。从数据可知,c在等级间差异性不大,m/h、h在3个等级间差异较为明显,是影响饮片等级的关键指标,即饮片"质重片薄者"质佳,与传统等级划分相一致。从单批饮片来看,质量最大的3,虽然含量也较高,但由于切制太厚,综合评价逊于9;16虽然含量较高,但由于其质量较小,被评为三等饮片。该饮片等级划分研究采用质量常数等级方法将外观形态指标和内在含量指标相结合,合理地将其划分为3个等级,丰富数据不受时间空间限制,做到全程量化,利于分析、比较、传承,使等级划分具有全面性、科学性、客观性。

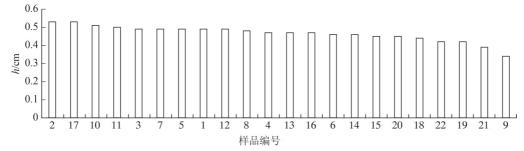


图 2 22 批麸炒苍术饮片的厚度分布

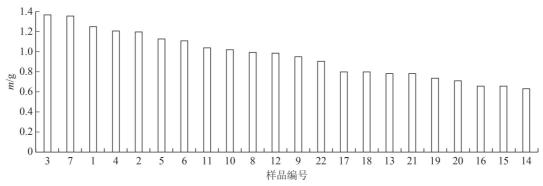


图 3 22 批麸炒苍术饮片的质量分布

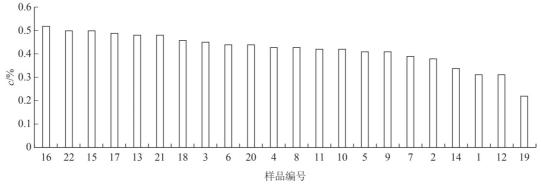


图 4 22 批麸炒苍术饮片的枸橼酸含量分布

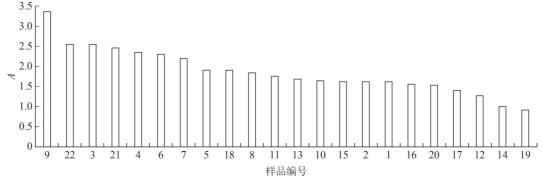


图5 麸炒苍术饮片的质量常数分布

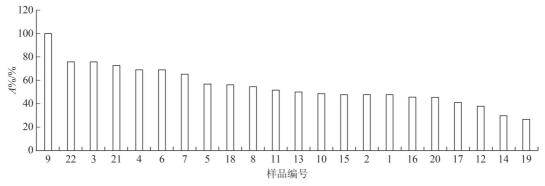


图 6 麸炒苍术饮片的百分质量常数分布

表3 麸炒苍术饮片各评价指标与等级关系

等级	A	A%
一等	≥2.70	≥80%
二等	≥1.69 且<2.70	>50%且<80%
三等	<1.70	<50%

4 讨论

苍术初以"术"载于《神农本草经》,被列为上品,其历史悠久。苍术应用于诸多古代经典名方中,如除湿胃苓汤、清上蠲痛汤、完带汤,并在此次新型冠状病毒肺炎中医防治方案中作为主要中药,其应用甚广、需求量较大,但由于人为因素及苍术自身的生物学特性,如授粉障碍及种群自身恢复能力差等原因^[24],使得苍术的野生资源日趋枯竭,造成供不应求的市场状态,市场上也出现一些以次充好的现象。因此,建立一套合理规范的麸炒苍术饮片的质量等级划分标准及划分方法为当前市场迫切所需,也为该饮片质量控制、市场的规范提供依据与参考。

目前,对麸炒苍术饮片的等级划分较少,但研究者对苍术药材及其饮片的等级划分、质量控制研究诸多,如佘金明等^[25]利用气相色谱-质谱联用技术对苍术挥发油中的化学成分进行分析控制。沈娟等^[26]以气相色谱法(GC)测定挥发油控制不同采收

期苍术质量;许俊华等[27]应用电感耦合等离子体质谱仪进行无机元素测定分析,对不同产地苍术进行质量控制;屈爱桃等[28]鉴别及考察苍术药材,采用薄层色谱法(TLC)建立苍术药材薄层色谱指纹图谱。但以上研究主要以内在成分作为依据,对外观形态有所忽略。朱思敏等[29]确定的等级划分标准基本体现了本草记载及市场上苍术药材以"个大、杂质少、有效成分含有量高"为优的分级观点,在把控外观性状的同时,对苍术药材的内在质量进行控制,与本研究思路相似,但该研究对于苍术外观形态的把控上略为复杂,且指标间存在一定重叠性,目未能应用于饮片。

中药饮片作为药品的一部分,具有专属性、复杂性、质量严格性,不能只以商品规格的角度对其进行等级划分。质量常数中药饮片等级划分方法将传统指标、现代质量控制指标进行量化并有机结合,结果清晰明了、操作简单易行,利于理解、应用、比较和传承。在对麸炒苍术饮片的等级划分过程中,经质量常数等级划分方法所分的饮片等级与其出厂等级不一致,如16、21》原等级为一等品,质量常数等级评价结果分别为三等品、二等品。17》原等级为二等品,质量常数等级评价结果为三等品。18》原等级为三等品,质量常数等级评价结果为二等品。13、

19、20号样品原等级为统货,质量常数等级评价结果分别为二等品、三等品、三等品。14、15号样品原等级为选货,质量常数等级评价结果均为三等品。结合等级评价结果中各参数可知,等级划分结果与原厂不符,结合实际情况分析原因:一是饮片等级划分评价指标不一致,原厂的等级划分指标仅为外观形态,而质量常数方法评价指标包括自然生长形态、切制工艺及指标成分含量;二是目前国家并无相关等级划分准则,故各厂家等级划分方法及结果各异。苍术饮片以质量常数方法进行等级划分,在一定程度上将饮片的外观形态及内在指标成分含量相结合,为饮片等级综合性评价提供新的参考。

本研究结果旨在为麸炒苍术饮片质量评价标准的建立、优质优价的实现提供一定的参考,在对麸炒苍术饮片等级评价研究数据进行丰富的同时,也将质量常数中药饮片等级划分方法的应用范围进一步扩大,证明该方法的科学性、合理性,为下一步实验研究提供一定基础与支撑。

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,2020:168.
- [2] YU K W, KIYOHARA H, MATSUMOTO T, et al. Intestinal immune system modulating polysaccharides from rhizomes of Atractylodes lancea [J]. Planta Med, 1998, 64 (8): 714-719.
- [3] 张明发,沈雅琴,朱自平. 苍术抗腹泻和抗炎作用研究[J]. 中国药房,2000,11(3):13-14.
- [4] KISO Y, TOHKIN M, HIKINO H. Antihepatotoxic principles of Atractylodes rhizomes[J]. J Nat Prod, 1983, 46 (5):651-654.
- [5] 朴世浩,朴惠善,金德男,等. 关苍术正丁醇萃取物的抗溃疡作用研究[J]. 中草药,1996,27(7):410-413.
- [6] 刘晓辉,刘显军,陈静.苍术的性质及生物学功能[J]. 湖北农业科学,2010,49(6):1476-1478.
- [7] YU Y, JIA T Z, CAI Q, et al. Comparison of the anti-ulcer activity between the crude and bran-processed *Atractylodes lancea* in the rat model of gastric ulcer induced by acetic acid[J]. J Ethnopharmacol, 2015, 160:211-218.
- [8] 王金华,薛宝云,梁爱华,等. 苍术有效成分β-桉叶醇对小鼠小肠推进功能的影响[J]. 中国药学杂志,2002,37 (4):266-268.
- [9] 刘阳芷,才谦,刘玉强,等. 苍术麸炒前后入血成分比较研究[J]. 亚太传统医药,2016,12(12):32-36.

- [10] 国家医药管理局,中华人民共和国卫生部. 七十六种药材商品规格标准[M]. 北京:中华人民共和国卫生部,1984:30.
- [11] 邓哲,章军,焦梦姣,等.以质量常数为核心的黄芩饮片等级评价研究[J].中国中药杂志,2017,42(9):1673-1678.
- [12] 邓哲,焦梦姣,章军,等. 相对质量常数用于甘草饮片等级评价研究[J]. 中国中药杂志,2017,42(13):2492-2496.
- [13] 邓哲,焦梦姣,章军,等.基于质量常数评价方法划分 黄柏饮片等级研究[J].中国中药杂志,2017,42(17): 3356-3361.
- [14] 石佳,沈立,邓哲,等.质量常数评价方法应用于玄参饮片等级评价研究[J].中国中药杂志,2019,44(9):1744-1749.
- [15] 邓哲,石佳,沈立,等.基于中药质量常数的炙甘草饮片等级评价研究[J],中国中药杂志,2019,44(9):1739-1743.
- [16] 石佳,邓哲,沈立,等.基于质量常数评价方法的天麻 饮片等级划分研究[J].中国中药杂志,2019,44(9):1750-1754.
- [17] 刘德文,邓哲,石佳,等.基于质量常数评价方法研究 泽泻饮片的等级[J].中国中药杂志,2019,44(9): 1729-1733.
- [18] 石佳,沈立,邓哲,等. 基于质量常数法的合欢皮饮片等级评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2019,25(20):109-113.
- [19] 石佳,焦梦姣,邓哲,等.基于中药饮片质量常数等级评价方法的大川芎方优质优效研究[J].中国中药杂志,2019,44(9):1755-1759.
- [20] 冯耀南,刘明,刘俭,等.中药材商品规格质量鉴别[M]. 广州:暨南大学出版社,1995:101-102.
- [21] 卢赣鹏.500 味常用中药材的经验鉴别[M].北京:中国中医药出版社,1999:37-38.
- [22] 黄璐琦,詹志来,郭兰萍. 中药材商品规格等级标准汇编 (226种)[M]. 北京:中国中医药出版社,2019:445-462.
- [23] 龙兴超,郭宝林.200种中药材商品电子交易规格等级标准[M].北京:中国医药科技出版社,2017:1-470.
- [24] 孙元鹏,程正,吴喆,等. 中药材苍术的传承创新与高质量发展研究[J]. 湖北农业科学,2020,59(11):203-207.
- [25] 佘金明,刘汉,华美玲,等. GC-MS结合HELP分析茅苍 术中挥发油成分[J]. 广州化工,2010,38(3):114-118.
- [26] 沈娟,尹莲,段金廒.不同采收时间北苍术挥发油成分变化分析[J]. 中医药信息,2011,28(3):46-48.
- [27] 许俊华,巢建国,谷巍,等.不同产地茅苍术药材无机元素测定及分析[J]. 南京中医药大学学报,2010,26 (4):294-295.
- [28] 屈爱桃,孙超,李乐娟,等.苍术药材薄层色谱指纹图谱的研究[J]. 内蒙古医学院学报,2008,30(6):403-404.
- [29] 朱思敏,欧阳丽敏,王新宏,等. 北苍术商品药材等级标准及质量评价[J]. 中成药,2020,42(6):1536-1543.

(收稿日期: 2020-12-14 编辑: 王笑辉)