

· 质量评价 ·

蒲黄药材及其饮片的质量分析

林春燕^{1,2}, 董媛², 张贇华², 任洁², 李忠琼², 张雯洁^{2*}, 周志宏^{1*} (1. 云南中医药大学, 昆明 650000; 2. 云南省食品药品监督检验研究院, 昆明 650000)

摘要 **目的:** 评价蒲黄药材及饮片的质量。**方法:** 通过对蒲黄药材及饮片的现行法定标准检验和探索性研究检验, 综合评价其质量状况。**结果:** 按现行法定标准检验蒲黄及其饮片 134 批次, 不合格率为 25.4%; 通过探索性研究检验, 发现染色、增重和掺假为影响本品质量的主要问题, 且有用多种染色剂进行非法染色的情况。**结论:** 蒲黄药材及饮片总体质量可通过法定检验和探索性研究检验予以监测, 但其质量问题来源复杂, 须从生产、流通、使用各个环节加强监督管理, 综合进行质量控制以保障民众用药的安全与有效。

关键词: 中药材; 蒲黄; 饮片; 质量检验; 法定标准; 探索性研究

中图分类号: R28 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2017)07-0789-06
doi:10.16153/j.1002-7777.2017.07.014

Quality Analysis of Pollen Typhae and Its Decoction Pieces

Lin Chunyan^{1,2}, Dong Yuan², Zhang Yunhua², Ren Jie², Li Zhongqiong², Zhang Wenjie^{2*}, Zhou Zhihong^{1*}
(1. Yunnan University of Traditional Chinese Medicine, Kunming 650000, China; 2. Yunnan Institute for Food and Drug Control, Kunming 650000, China)

Abstract Objective: To evaluate the quality of Pollen Typhae and its decoction pieces. **Methods:** The quality of Pollen Typhae and its decoction pieces were evaluated by using the current statutory standards and exploratory research testing. **Results:** 134 batches of Pollen Typhae and their decoction pieces were tested according to the current statutory standards and the unqualified rate was 25.4%. The main problems influencing the quality of Pollen Typhae and its decoction pieces included illegal dyeing, illegal weight gain and illegal adulteration. There was a tendency of using many kinds of dyeing agents for illegal dyeing. **Conclusion:** The general quality of Pollen Typhae and its decoction pieces could be monitored through the statutory inspection and exploratory research, and the sources of the quality problems were complex. It was suggested that the supervision and management of all the links of production, circulation and use should be strengthened. Meanwhile the quality should be comprehensively controlled to ensure the safe and effective use of Pollen Typhae and its decoction pieces.

Keywords: Chinese herbal medicine; Pollen Typhae; decoction pieces; quality inspection; legal standard; exploratory research

作者简介: 林春燕, 药师; Tel: (0871) 63130538; E-mail: ley.doc@163.com

通信作者: 张雯洁, 主任药师; Tel: (0871) 63130538; E-mail: zwj0871@126.com

周志宏, 副教授; E-mail: 13888166960@163.com

蒲黄为常用中药,始载于《神农本草经》,为香蒲科植物水烛香蒲 *Typha angustifolia* L.、东方香蒲 *Typha orientalis* Presl 或同属植物的干燥花粉。带有雄花的花粉为草蒲黄。蒲黄有生蒲黄、蒲黄炭、炒蒲黄、醋蒲黄、焦蒲黄 5 种饮片规格,草蒲黄有醋草蒲黄和草蒲黄炭 2 种饮片规格。蒲黄性甘,平,归肝、心包经。功能主治为止血,化瘀,通淋。用于吐血,衄血,咯血,崩漏,外伤出血,经闭痛经,胸腹刺痛,跌扑肿痛,血淋涩痛。药材与饮片的功效存在差异,生蒲黄偏于活血行瘀,止痛;蒲黄炭增强止血作用,偏于凉血止血;炒蒲黄则偏于补血

止血^[1-2]。本文报道 2015 年国家评价性抽验工作中的部分研究内容。

1 样品基本信息及法定标准情况

本年度共抽样 134 批次,分别抽自除我国香港、澳门、台湾、重庆外的 22 个省、5 个自治区、3 个直辖市,其中抽取样品最多的为河北、山西和江苏,各 7 批次。样品涉及蒲黄、生蒲黄、蒲黄炭、炒蒲黄、醋蒲黄、草蒲黄、草蒲黄炭 7 个规格,以生蒲黄为主,占 79%;抽自经营部门和医疗机构各占 41%;标示生产企业 92 家,安徽省以 17 家居首位,标示生产企业地域分布情况见图 1。

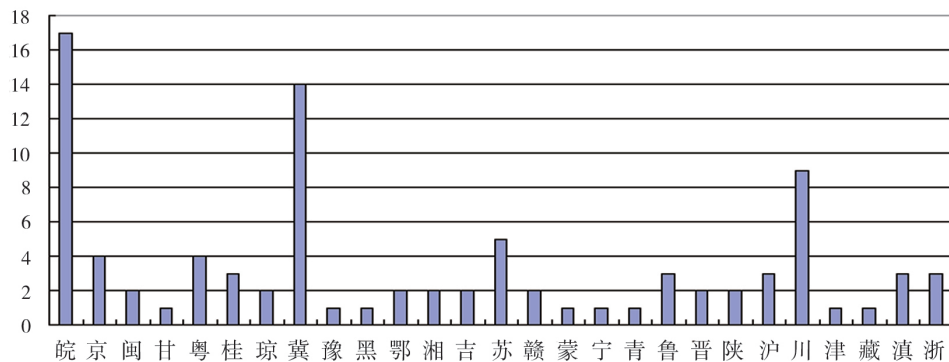


图 1 样品标示生产企业地域分布图

蒲黄在历版《中国药典》中均有收载,规定了蒲黄与草蒲黄的来源,蒲黄、生蒲黄、蒲黄炭的检验项目。补充检验方法^[3](批准件编号 2007007)针

对蒲黄药材金胺 O 染色进行检查。其余饮片规格收载于各省市地方药材标准或饮片炮制规范中,检验项目各不相同。见表 1。

表 1 蒲黄药材 / 饮片法定检验执行标准情况

规格	样品批次	执行标准
药材	5	《中国药典》2010、补充检验方法(编号 2007007)
生蒲黄	107	《中国药典》2010
蒲黄炭	11	《中国药典》2010
炒蒲黄	1	《山西中药炮制规范》1984
	1	《河南省中药饮片炮制规范》2005
	1	《天津市中药饮片炮制规范》2012
	1	《内蒙古自治区中药饮片切制规范》1977
醋蒲黄	2	《云南省中药饮片标准》2005
草蒲黄	1	《中国药典》2010
	3	《宁夏中药材标准》1993
草蒲黄炭	1	《上海市中药饮片炮制规范》2008

2 法定标准检验结果及分析

按法定标准检验性状、显微特征、水分、总灰分、含量测定、药材的金胺O染色6个项目,结果34批次不合格,不合格率为25.4%,其中假药1批次。不合格项目主要集中在含量测定、总灰

分、杂质3个项目,按检验量计,含量不合格率为25.0%,居首位,总灰分不合格率为10.7%,杂质不合格率为5.4%。所有不合格样品均为生蒲黄饮片。见表2和图2。

表2 蒲黄药材/饮片法定标准检验不合格情况

按规格分类				按检验项目分类			
规格	检验量	不合格批次	比例 /%	项目	检验量	不合格批次	比例 /%
蒲黄药材	5	0	0	性状	134	1	0.7
生蒲黄	107	34	31.8	显微鉴别	127	1	0.8
蒲黄炭	11	0	0	水分	114	0	0
炒蒲黄	4	0	0	杂质	112	6	5.4
醋蒲黄	2	0	0	总灰分	112	12	10.7
草蒲黄	4	0	0	含量测定	112	28	25.0
草蒲黄炭	1	0					
合计	134	34	25.4		134	34	25.4

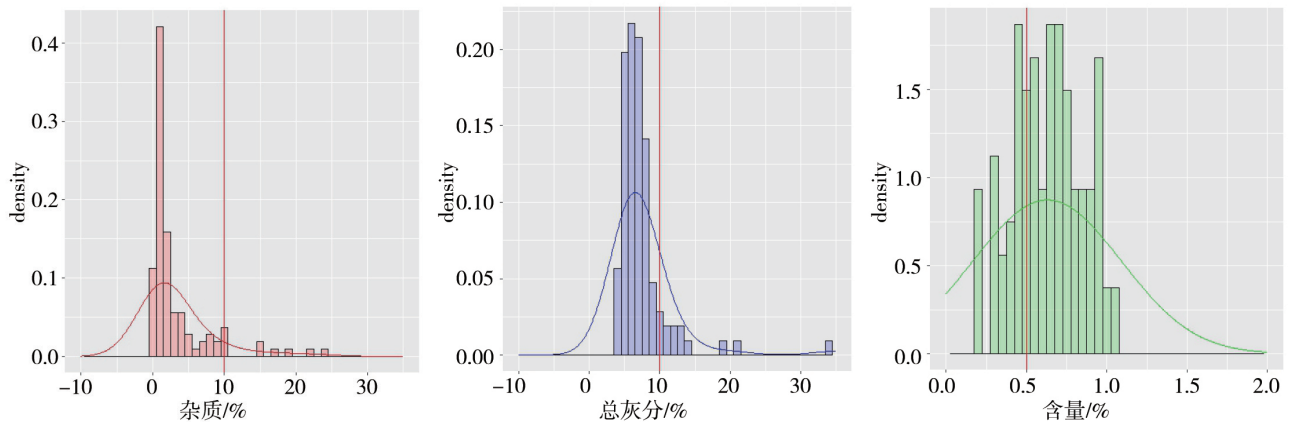


图2 生蒲黄样品杂质检查、总灰分检查、含量测定概率分布直方图

2.1 3个主要不合格项目的相关性分析

运用SPSS软件,对杂质、总灰分和含量测定数据进行相关性分析,见图3,结果杂质与总灰分

无相关性,杂质、总灰分与含量测定结果呈弱负相关,提示此3个项目之间没有对应关系,即没有可替代性,每个检验项目对质量控制均是有意义的。

		杂质 /%	总灰分 /%	含量 /%
杂质 /%	Pearson 相关性	1	.069	-.324**
	显著性 (双侧)		.431	.000
	N	134	134	134
总灰分 /%	Pearson 相关性	.069	1	-.460**
	显著性 (双侧)	.431		.000
	N	134	134	134
含量 /%	Pearson 相关性	-.324**	-.460**	1
	显著性 (双侧)	.000	.000	
	N	134	134	134

注: ** 在 0.01 水平 (双侧) 上显著相关。

图 3 杂质、总灰分、含量测定结果相关性分析图

2.2 杂质、总灰分和含量测定 3 个主要不合格项目结合显微观察结果分析

检验结果结合显微观察结果提示, 杂质不合格的样品 (A、B) 多为掺入花丝、花药或其他未知植物组织的碎片, 这些碎片一般较大, 难以通过 7

号筛, 导致杂质检查不合格。总灰分不合格的样品 (C、D) 在显微镜下常见亮片状物质, 疑似为无机物掺假, 无机物在高温下无法炭化, 导致总灰分不合格。含量测定不合格样品 (B、C、D) 都是掺假较多的样品^[4-6]。详见图 4。

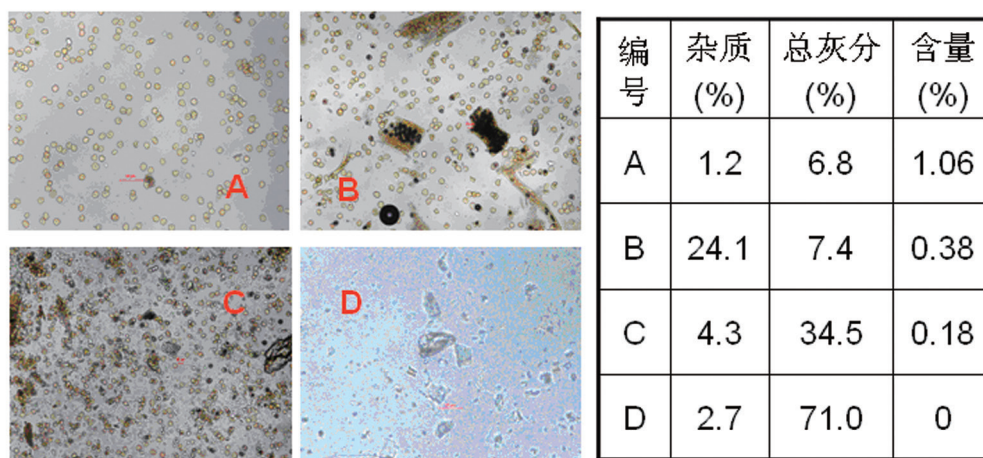


图 4 不同样品的显微观察图

2.3 同厂家同批号不同抽样地样品结果分析

样品标示生产企业 92 家, 19 家生产单位生产的多批样品被抽取到。其中, 5 家生产单位出现被抽取到同批号样品 (A、B、C、D、E), 经检

验, 来自内蒙古和辽宁的 A 样品结果差异极大, 来自辽宁省的样品杂质为来自内蒙古样品的 2 倍, 含量仅为其二分之一, 且确认为金胺 O 非法染色, 说明该样品为人为染色掺假样品。见图 5。

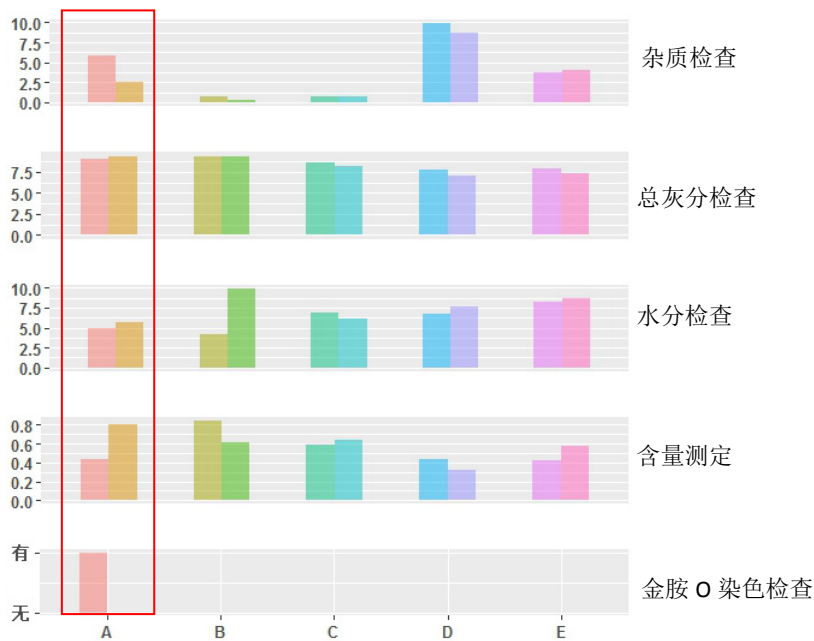


图 5 同厂家同批号不同抽样地样品检验、检查结果图

3 开展的探索性研究结果及分析

3.1 非法染色检查

影响本品质的主要问题是增重和掺假，增重掺假物绝大多数需经过染色才能掺入蒲黄药材及饮片中，故对非法染色进行检查能够有效反映蒲黄及饮片的质量情况。根据样品情况及文献报道，采用薄层色谱法^[7-8]，以金胺 O、柠檬黄、酸性黄 36、金橙 II、日落黄 5 个黄色染料试剂为检测指标进行染色情况筛查^[9-11]，对疑似阳性样品进行 HPLC-DAD 验证及 HPLC-MS 确认。发现共有 11 批次饮片存在非法染色情况（主要为饮片中的增重掺伪物），其中 10 批次用金胺 O 染色，1 批次用柠檬黄染色，3 批次用酸性黄 36（皂黄）染色。酸性黄 36（皂黄）用于药材的掺伪物染色属首次发现，以上非法染色情况均属重大质量问题^[12]。

研究结果提示：蒲黄及其饮片的非法染色情况严重，且有用多种染色剂对增重掺假物进行非法染色的趋势。

3.2 非法增重

依据法定检验结果，结合显微鉴别情况，本品主要质量问题为掺假^[13-15]。对总灰分不合格样品采用化学反应进行筛查，发现疑似以钙盐、镁盐非法增重的问题，可能为碳酸镁、碳酸钙等盐类。用电感耦合等离子体原子发射光谱法确认并测定疑似阳性样品及正常样品（检验合格）中钙、镁离子含量，根据测定结果，以氯化钙和醋酸镁作为对照试剂，研究起草了蒲黄药材及饮片中镁盐、钙盐非法增重化学反应检查的补充检验方法，检出 4 批次饮片用镁盐、钙盐增重，均属重大质量问题。

3.3 杂质、总灰分检查

针对蒲黄炭、炒蒲黄、醋蒲黄 3 个规格的饮片缺乏杂质、总灰分 2 个关键项目，在探索性研究中增加了此 3 类饮片的相关检查，结果不合格样品超过半数，项目不合格率达 35.3%，总不合格率为 58.8%，提示此 3 类饮片的质量标准缺失影响质量的关键项目，亟待修订提高。见表 3。

表3 蒲黄炭、炒蒲黄、醋蒲黄饮片杂质、总灰分检查不合格情况

按规格分类				按检验项目分类			
规格	检验量	批次	比例 /%	项目	检验量	批次	比例 /%
蒲黄炭	11	6	54.5	杂质	17	6	35.3
炒蒲黄	4	2	50.0	总灰分	17	6	35.3
醋蒲黄	2	2	100				
合计	17	10	58.8		17	10	58.8

4 讨论

蒲黄药材及饮片质量总体较差。法定标准检验合格率为74.6%，结合探索性研究合格率为67.2%。染色、增重和掺假为影响本品质量的主要问题，且有用多种染色剂对增重掺假物进行非法染色的趋势。

《中国药典》一部中蒲黄药材及生蒲黄质量标准基本可行，蒲黄炭、炒蒲黄、醋蒲黄3个规格的饮片缺失杂质、总灰分2个关键项目，对质量控制严重不利。

因本品种质量问题的来源复杂，建议增加补充检验方法，统一饮片炮制规范，并修订、提高饮片质量标准，为药品监管提供强有力的技术支撑，并从生产、流通、使用各个环节加强监督管理，以保障人民群众用药的安全与有效^[16]。

参考文献:

- [1] 中国药典:一部[S]. 2010: 331-332.
- [2] 孙全峰,周建理,杨青山.市售蒲黄商品的品质考察与鉴别[J].安徽医药,2010,14(6):656-657.
- [3] 国家食品药品监督管理局.药品检验补充检验方法和检验项目批准件编号:2007007 蒲黄中药材[S].2007.
- [4] 蒋玲,饶伟文.中药染色掺假的研究进展[J].首都医药,2011,(8):16-17.
- [5] 符江,荆文光,章军,等.中药中非法添加问题研究现状与分析[J].中草药,2014,45(3):437-441.
- [6] 刘安龙.几种常见易掺假中药的性状鉴别[J].河南中医,2015,35(6):1437-1438.
- [7] 胡青,孙健,张甦,等.中药中48种非法染色色素的 TLC 法检测[J].中国医药工业杂志,2015,46(7):695-700.
- [8] 郑娟,邹耀华.HPLC-PDA法检测蒲黄和黄连中十种非法添加色素[J].中国卫生检验杂志,2011,21(5):1078-1082.
- [9] 项婧.液相色谱-质谱法测定食品中多种合成色素和染料及相应质谱库的建立[D].沈阳:沈阳药科大学,2009.
- [10] 翟清,杨志伟,石鑫磊,等.染色姜黄中金胺O的检测方法研究[J].中国医药科学,2015,5(17):57-60.
- [11] 杨琳,陈青俊,丁献荣,等.反相高效液相色谱法测定食品中的多种黄色工业染料[J].食品工业科技,2011,32(2):350-352.
- [12] 翟清,杨志伟,石鑫磊,等.染色蒲黄中柠檬黄的检测方法研究[J].中国医药科学,2015,5(19):69-74.
- [13] 娄亚丽,蔡继炎,杨欢,等.目前中药饮片人为造(掺)假的现状研究[J].中国医药指南,2013,11(19):662-665.
- [14] 谭燕萍.浅谈中药饮片鉴别真伪的意义及方法[J].中国医药指南,2013,11(35):527-528.
- [15] 张裕民,廖建萍,刘绍贵.中药掺假使伪的主要方式及鉴别方法[J].中医药导报,2015,21(16):48-49.
- [16] 益磊,孟祥松,周志美,等.染色增重中药材及饮片科学监管技术方法探究[J].中国药事,2014,28(3):288-291.

(收稿日期 2016年12月1日 编辑 邹宇玲)