

# 影响蒲黄质量的主要问题及其质量标准的研究探讨

严华<sup>1</sup>, 李韦<sup>2</sup>, 程显隆<sup>1</sup>, 魏锋<sup>1\*</sup>, 马双成<sup>1\*</sup> (1. 中国食品药品检定研究院, 北京 100050; 2. 江西省九江市食品药品检验所, 九江 332000)

**摘要** 目的: 总结近年来蒲黄监督检验工作中发现的影响质量的主要问题, 为蒲黄药材真伪鉴别、质量标准完善提供建议。方法: 基于掺杂、增重、染色问题, 采用性状鉴别、显微鉴别、杂质检查、总灰分检查及金胺 O 染色检查方法, 分析检验过程中遇到的问题, 探讨现行标准在质量控制中的可行性。结果与结论: 试验结果可见掺杂、增重的样品必然伴随有染色问题, 现行的质量标准在蒲黄掺杂、增重、染色方面有较为全面有效的检测手段, 但在标准执行中常因问题错综复杂, 而标准检验项目承接不明确, 造成判定结论裁决困难的问题。建议细化蒲黄药材质量标准, 增订草蒲黄的质量标准, 完善蒲黄质量标准, 并建立蒲黄炮制品 (包括炒蒲黄和蒲黄炭) 的质量标准, 以便更全面地控制蒲黄药材质量。

**关键词:** 中药材; 蒲黄; 质量监控; 掺杂检验; 增重检验; 金胺 O 染色检验

中图分类号: R286 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2018)04-0463-06  
doi:10.16153/j.1002-7777.2018.04.007

## Study on Major Problems Affecting the Quality of *Typhae Pollen* and Quality Standard

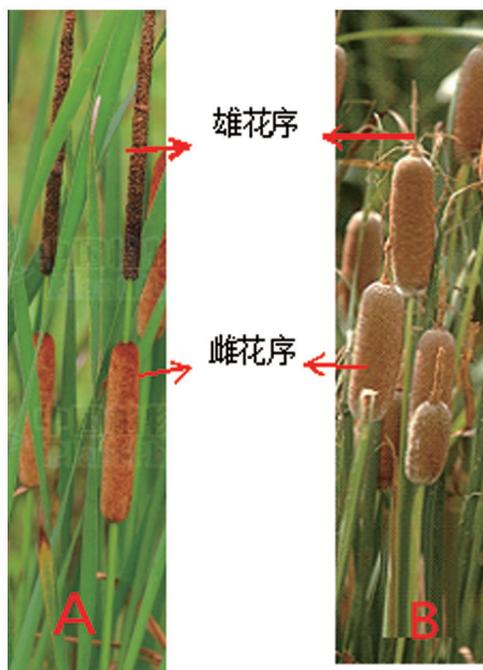
Yan Hua<sup>1</sup>, Li Wei<sup>2</sup>, Cheng Xianlong<sup>1</sup>, Wei Feng<sup>1\*</sup>, Ma Shuangcheng<sup>1\*</sup> (1. National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China; 2. Jiujiang Institute for Food and Drug Control, Jiujiang 332000, China)

**Abstract Objective:** To summarize the major problems affecting the quality of *Typhae Pollen* found in the supervision and inspection of recent years and to put forward suggestions for authenticity identification and quality improvement of standards. **Methods:** Trait identification, microscopic identification, examination of foreign matter, total ash inspection and uramine O staining were used to analyze the problems encountered in the testing process and to explore the feasibility of the current standards in quality control according to the problems of doping, weight gain, and dyeing. **Results and Conclusion:** Testing results showed that doped, weight-born samples were inevitably accompanied by dyeing problems. Although doping, weight gain, and dyeing could be detected according to the current quality standards, the implementation of the standards and the determination of conclusion sometimes were difficult due to the complicated problems and ambiguous standard. The quality standards of *Typhae Pollen* should be further refined and the quality standard of Cao Puhuang (*Typhae Pollen* contain staminate flower) should be established separately. The quality standards of *Typhae Pollen* should be supplemented and improved and the quality standard of processed product of *Typhae Pollen* (including Fried Puhuang and Puhuang Carbon) should also be established correspondingly in order to fully control the quality of Chinese herbal medicine of *Typhae Pollen*.

作者简介: 严华, 副主任药师; 研究方向: 中药质量控制研究; Tel: (010) 67095432, 18901355750; E-mail: yanhua@nifdc.org.cn  
通信作者: 魏锋, 博士, 研究员; 研究方向: 中药质量控制研究; Tel: (010) 67095432; E-mail: weifeng@nifdc.org.cn  
马双成, 博士, 研究员; 研究方向: 中药民族药质量控制和评价研究; Tel: (010) 67095272; E-mail: masc@nifdc.org.cn

**Keywords:** Chinese herbal medicine; *Typhae Pollen*; quality control; doping test; weight gain test; uramine O staining test

蒲黄，习称生蒲黄，为临床常用药，具有止血、化瘀、通淋的功效，《中国药典》2015年版一部（以下简称药典）<sup>[1]</sup>规定其来源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。蒲黄原植物为多年沼生草本<sup>[2-3]</sup>：水烛长30~60 cm，穗状花序单一顶生，雌雄同株，雄花序在上部，圆柱形，黄色，长20~30 cm，向下间隔2~15 cm，着生雌花序，圆柱形，深褐色或红褐色，长10~30 cm，直径0.5~2 cm；东方香蒲的雌雄花序紧密连接，雄花序长2.7~9.2 cm，花序轴具白色弯曲柔毛，自基部向上具1~3枚叶状苞片，花后脱落，雌花序长4.5~15.2 cm。见图1。



A. 水烛 *Typha angustifolia* L.;  
B. 东方香蒲 *Typha orientalis* Presl.

图1 蒲黄原植物图

药典标准规定夏季采收时，收集蒲棒上部的黄色雄花序，晒干碾轧，筛取花粉，作为蒲黄，或直接取雄花，碾碎，成为带有雄花的花粉，即为草蒲黄。蒲黄为花粉类药材，外观性状呈细腻粉末状，若在其中掺入其它物质的粉末，很难辨

别，一些违规者在收集花粉时，将蒲棒甚至茎叶碾碎成细粉末与花粉混合作为蒲黄，或者掺入玉米粉或其它淀粉，甚至掺入细尘土等无机物，而且为了使掺杂后的粉末达到与蒲黄花粉一致的颜色，使用黄色系列的廉价工业染料对掺杂的蒲黄进行染色，现已发现将工业染料金胺O用在蒲黄染色上，金胺O具有致癌作用，使得掺杂染色后的蒲黄花粉含量低，药性减弱或全无，严重危害到公众健康。2008年，国家食品药品监督管理局（SFDA）颁布了蒲黄中金胺O检查的补充检验方法，为切实保障人民用药安全，规范中药材及中药饮片市场，完善现有的标准。2013年，SFDA在全国范围内开展了蒲黄掺假、染色、增重的抽验，抽取全国药品流通领域的蒲黄样品82批，于中国食品药品检定研究院开展检验。检验中发现现行的蒲黄质量标准虽在很大程度上对市场蒲黄的质量具有较为有效的控制、评价方法，但在依标准判断、仲裁方面仍然显现不足之处，这些问题已成为蒲黄质量保障的瓶颈。笔者系统总结了质量标准的问题，并对标准中客观性不足之处进行探索性研究和方法学验证，以期为蒲黄检验的判断更具客观性和正确率提供依据，主要涉及性状鉴别、显微鉴别、杂质检查、总灰分检查及金胺O染色检查的方法。

## 1 性状

### 1.1 标准规定

蒲黄为黄色粉末，体轻，放水中则飘浮水面。手捻有滑腻感，易附着于手指上，气微，味淡。

### 1.2 检验结果

合格的蒲黄具有黄色均一鲜亮，无结块、成团现象。不合格样品虽为黄色粉末，但通常呈较暗沉的黄色或偏橙色，易有结块，手感潮湿，手捻不润滑，有的有轻微的涩手感、或颗粒感、或不易滑动感。蒲黄质轻易飞，通过水试法可检查是否掺入无机物，手捻一小撮撒入水面，起初呈蔓延状散开、飘浮于水面，但晃动水液，部分粉末开始下沉，逐渐在杯底形成沉淀。有的闻之有刺鼻气味或异味。

### 1.3 问题及解决方法

多数不合格样品与真品滑腻感、润滑感差别

不显著,水试法效果虽稍明显,但结合总灰分测定结果的样品分析发现,一些灰分不合格的样品,散入水面时在水面常呈蔓延状散开飘浮于水面,轻轻晃动水液时,不易观察到有粉末下沉的现象。经试验,采用10%乙醇做水试的媒介时,效果更为显著,可加快观察到掺杂无机物杂质下沉的现象。这是由于纯水的表面张力大,细小颗粒表面张力也较大,入水后受液体、固体表面张力的影响,细粉末扩散于水面而不易下沉,适当加入醇后可降低液体表面张力,且水的浮力大于醇溶液的浮力,使比重大于花粉的无机物能较快地湿润而下沉,节约了观察时间,改善了观察效果;同时,金胺O等染色剂常为难溶于冷水、易溶于醇溶液的物质,若样品被染色,易通过溶液是否变黄而有较好的初步判别效果<sup>[4]</sup>。

## 2 显微鉴别

### 2.1 标准规定

蒲黄粉末鲜黄色。花粉粒类圆形或椭圆形,直径约20~30 μm,具一不甚明显的萌发孔。花粉粒表面可见清晰的网状雕纹,周边轮廓线光滑(见图2A)。

### 2.2 检验结果

样品显微特征结果主要分3类:(1)全部为花粉粒,未掺杂其它碎片;(2)花粉粒多数,同时可检出其它植物碎片,如苞片、花粉囊壁细胞、草酸钙针晶;(3)无花粉粒,全部为植物组织碎片,如纤维、导管、淀粉粒等与无机物杂质混合。其中(1)判定为显微合格的样品、(3)判定为不合格样品,常无争议;但对于(2)的结果判定则争议很大,苞片和花粉囊壁细胞及草酸钙针晶为雄花序的显微特征,草蒲黄为蒲黄的一种加工规格,混入少量的这些特征是极有可能的,那么混多少方可判定为不合格,笔者建议应引入显微定量测定杂质的方法,并可将此方法结果与杂质检查项结果相关联考虑最终结果的判定。

### 2.3 问题及解决方法

草蒲黄是药典规定的蒲黄的一种加工规格,即剪取雄花,晒干,成为带有雄花的花粉,其显微特征中除花粉粒外必然会存在雄花的特征,镜检可见花粉囊壁细胞及草酸钙针晶,见图2B,然而,这些特征在现行国家标准中未规定可检出。蒲黄通过杂质检查项采用筛分法筛分出的杂质通过显微镜检,

发现含有的杂质无法定量衡量,针对此问题,笔者探索性地建立了异性物质显微定量方法<sup>[5]</sup>如下:

取本品粉末(通过七号筛)10 mg,精密称定,置5 mL量瓶中,加稀甘油至刻度,摇匀,制成均匀的混悬液(必要时超声使颗粒分散均匀),用移液枪吸取混悬液20 μL置载玻片上,加盖玻片装片(避免气泡产生,此时液体正好充满盖玻片而不溢出盖玻片),在盖玻片上按九宫格绘制方式,用0.5 mm记号笔在盖玻片上划分9个格,置显微镜100倍下观察9个格内视野的显微特征。结果判定:9个视野中检出除蒲黄花粉以外特征的物质不得超过1个方格,如有1个或超过1个方格视野内检出,再同法制片复试2次,取3次结果的平均值,3次测定检出含其它物质方格视野不得超过3个。

分别取按药典蒲黄杂质检查项测知结果的样品:包括杂质或灰分均合格(分别≤10%)、杂质或灰分分别在10%~20%和两者单项分别≥20%的样品各10批,进行显微定量测定,结果显示:各项指标均合格的样品中,发现显微镜检不合格的样品主要特征为淀粉粒或其它植物组织,或无机物的镜检视野超过3个;满视野花粉数量少,掺杂明显。杂质或灰分不合格的样品结果与显微镜检的结果基本吻合。还可发现杂质在10%~20%的样品常为花粉与植物组织的混合物;而杂质超过20%的样品,全部为植物粉末,无花粉粒;总灰分超过20%的样品,有些是花粉粒与无机物混合,有些则是植物组织与无机物的混合物,根本不含花粉粒。

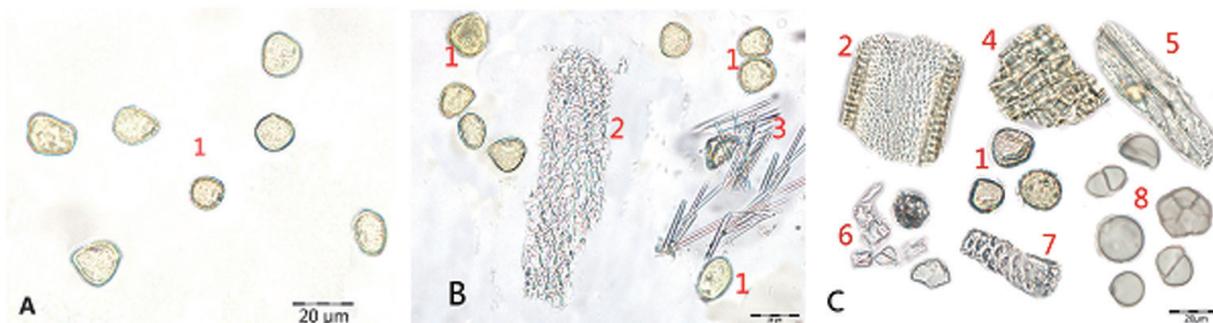
经对采集的草蒲黄样品进行实际筛取花粉的操作,发现加工过程虽易带入少量植物性杂质,如花序轴、花苞及花被组织碎片等,但实际上若非蓄意将这些杂质粉碎至最细粉,即能全部通过六号筛(150 μm±6.6 μm),并含能通过七号筛(125 μm±5.8 μm)不少于95%的粉末,大部分花粉以外的植物杂质是能通过七号筛而被筛除的。

新建的显微定量方法同样适用于无机杂质的检查,蓄意掺杂植物组织碎屑的样品,除可检出花粉囊壁细胞、草酸钙针晶(束)外,还可检出纤维、导管碎片、淀粉粒、植物表皮细胞等;蓄意掺杂无机物,参照药典显微鉴定法(附录通则2001)进行验证,或可通过显微偏光检视以佐证,如滑石粉或极细的砂土(见图2C)等。

蒲黄药典标准因显微鉴定项描述仅有蒲黄花

粉的特征,而对于草蒲黄则无描述,如果增加草蒲黄的特征描述,则必须限定杂质的混入,因而,须

配套地引入显微定量的测定方法,限定草蒲黄中可能混入的杂质。



A. 蒲黄显微特征; B. 草蒲黄显微特征; C. 掺杂无机物植物碎屑的蒲黄;  
1. 花粉粒; 2. 花粉囊细胞; 3. 草酸钙针晶; 4. 表皮细胞; 5. 纤维; 6. 无机物; 7. 导管; 8. 淀粉粒。

图2 蒲黄检品显微示意图

### 3 杂质检查

#### 3.1 标准规定

蒲黄药典标准规定杂质检查采用筛分法:取样品10 g,称定重量,置七号筛中,保持水平状态过筛,左右往返,边筛边轻叩2 min,计算通过七号筛的样品占总取样量(10 g)的百分比,不得过10.0%。

#### 3.2 检验结果

由于筛分法杂质检查按重量计算杂质的量,并不对杂质组成性质进行辨别,故遇到蓄意掺杂时,此单项检验常易蒙混过关。

#### 3.3 杂质问题及解决方法

药典杂质检查通则(药典通则2301)中规定:“药材中混存的杂质如与正品相似,难以从外观鉴别时,可取适量进行显微、化学或物理鉴别试验,鉴别其为杂质后,计入杂质的重量中”。为辨别混存杂质的组成,曾采用对筛上、筛下部分分别显微镜检,可见筛下部分有大量淀粉、无机物及其它植物组织,这些蓄意掺杂物与花粉粒的粒度相近,难以分离而计算掺入杂质的量,因此,异性物质显微检查方法(见“2.3”节)结合蒲黄杂质检查标准方法,可更科学地检查掺杂的蒲黄。草蒲黄历来是蒲黄的一个加工规格,应当在杂质检查项上另有规定。

### 4 总灰分

#### 4.1 标准规定

按药典通则2302总灰分测定方法,结果不得过10.0%。

#### 4.2 检验结果

结合杂质检查、金胺O检查项测定结果,在总灰分不合格的样品中,68%的样品杂质不合格,61%的样品有金胺O染色。

#### 4.3 总灰分问题及解决方法

总灰分直接关系到增重的问题,通过显微定量测定方法<sup>[6-7]</sup>,取已测知总灰分含量的样品,取其在杂质检查项下的筛下粉末,精密称取10 mg,置5 mL量瓶中,加稀甘油至刻度,摇匀,用移液枪吸取混悬液20 μL置载玻片上,加盖玻片装片,平行制片10份,在显微镜下观察并对无机物颗粒计数,取平均值,按下列公式计算无机物检查显微特征值( $P$ ):

$$P = \frac{X \cdot V}{V' \cdot W}$$

公式中 $P$ 代表定量计数的无机物显微特征值(个/mg), $X$ 代表每片盖玻片下药材显微特征数, $W$ 代表药材取样量(mg,按干燥品计), $V$ 代表定量药材混悬液总体积(mL), $V'$ 代表盖玻片下药材混悬液的体积(mL)。将样品粉末显微定

量法检出结果 $P$ 与总灰分测定结果建立相关性研究,结果将无机物颗粒作为显微定量指标的测定,与总灰分值存在正相关,该方法可有效、快速测知蒲黄中的无机物杂质。

## 5 金胺O检查

### 5.1 标准规定

采用薄层色谱、液相色谱及液相色谱-二极管阵列检测方法检查金胺O<sup>[8]</sup>。

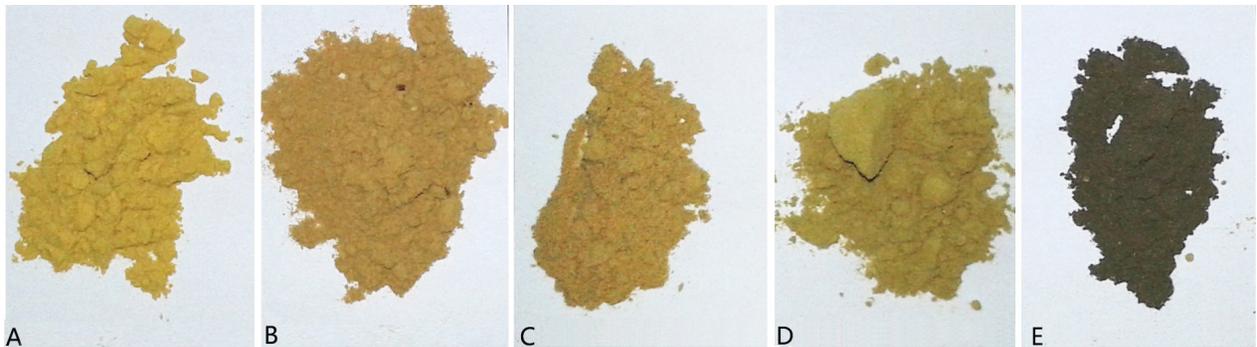
### 5.2 检验结果

发现在金胺O染色的样品中不同程度地同时存在杂质、总灰分不合格,说明染色现象必然与掺杂和增重同时存在。

## 6 蒲黄炮制品的检验

炒蒲黄目前尚无国家标准,在北京、山东和天津三个地方中药饮片炮制规范中有收载<sup>[9-11]</sup>,为

取蒲黄文火炒至深黄色(北京、天津市炮制规范)或黄褐色(山东省炮制规范),炮制规范的规定项目均少于蒲黄的国家标准,仅山东标准有总灰分的测定,限度同药典的蒲黄总灰分规定。检验的3批炒蒲黄杂质检查均合格,其中2批总灰分不合格样品,显微镜检均未检出花粉粒,而全部由植物组织碎片和无机物组成,其中1批还检出有金胺O染色;另1批总灰分虽合格,但是由花粉粒和大量植物组织碎片组成。炒蒲黄因炮制后颜色加深,远不同于蒲黄本身的颜色(见图3),更易造假掩蔽,更易成为掺杂、增重、染色的对象<sup>[12]</sup>,以此推断蒲黄的另一炮制规格蒲黄炭[即取净蒲黄,照炒炭法(通则0213)炒至棕褐色]极可能同样存在问题,因而亟需完善炒炮制品的质量标准。



A. 蒲黄(正品); B. 杂质不合格,金胺O染色的蒲黄; C. 杂质和总灰分不合格,金胺O染色的蒲黄;  
D. 总灰分超过20%,金胺O染色的蒲黄; E. 总灰分超过20%,金胺O染色的炒蒲黄。

图3 正品蒲黄与染色(炒)蒲黄样品的比较

## 7 总结与讨论

蒲黄系花粉类药材,多年来都是掺杂、染色、增重质量问题较严重的品种<sup>[13-14]</sup>,实际上,检验中依据现行的药典标准及药品补充检验方法,均可检出与此相关的质量问题,在检验结论的最终裁定时,依据检验结果,任何一项不合格,均判定样品不合格。但在实际检验中针对一些错综复杂的问题时,检验结论往往不易裁决,使得一些问题样品的判决无标准可依,如:检出苞片或花粉囊壁细胞的草蒲黄被判定为不合格,显微检出无机杂质,而总灰分合格的样品能否判定为不合格样品;显微检出淀粉粒、纤维等植物性杂质碎片的样品,而杂质检查合格,能否判定为不合格样品,等等。要得到更合理准确的结论判断,从药品质量标准制订的角

度出发,亟需尽快深入细化蒲黄药材的质量标准,例如:建立草蒲黄质量标准,完善蒲黄的质量标准,同时,还要完善蒲黄炮制品的规范<sup>[15]</sup>等,在标准的制订中,增加性状鉴别项中水试法的操作方法规定,建立异物检查的显微定量方法等,研究探索各检验项目之间指标的关联性,如显微定量与总灰分检查、杂质检查相关联等,从而使蒲黄质量标准更科学客观,以保证中药材的质量。

### 参考文献:

- [1] 中国药典:一部[S]. 2015: 353-354.
- [2] 中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志:第八卷[M]. 北京:科学出版社, 2004: 2-11.
- [3] 周麟. 水烛*Typha angustifolia* L. [EB/OL]// 中国科学院植

- 物研究所. 中国图像库(Plant Photo Bank of China,PPBC) (2009-09-18) [2017-11-01]. <http://www.plantphoto.cn/tu/354030>.
- [4] 张宇. 水试法在中药鉴定中的效果分析[J]. 北方药学, 2016, 13(11): 3.
- [5] 黄素高. 蒲黄花粉粒、海金沙孢子在粉末药材显微定量分析中应用的探讨[J]. 中药材, 1987, (6): 24-26.
- [6] 梁鹂, 厉姐, 康廷国. 槐米花粉粒显微特征常数与芦丁相关性研究[J]. 时珍国医国药, 2015, 26(11): 2790-2791.
- [7] 刘歆韵, 刘丽, 李斌, 等. 白芍显微特征常数与化学成分相关性研究[J]. 中药材, 2010, 33(4): 559-561.
- [8] 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批准件号2007007 蒲黄[S]. 2007.
- [9] 北京市中药饮片炮制规范[S]. 2008: 138.
- [10] 山东省中药饮片炮制规范[S]. 2012: 686-688.
- [11] 天津中药材炮制规范[S]. 2012: 237-238.
- [12] 区蕙莹, 区洁婷. 炒蒲黄质量标准的研究[J]. 广东药学院学报, 2016, 32(2): 196-200.
- [13] 马海春. 山东省市售蒲黄饮片质量分析[J]. 山东中医药大学学报, 2017, 41(4): 377-379.
- [14] 高珊, 张婷婷, 崔邵婧, 等. 市售蒲黄饮片的品质考察[J]. 中国药事, 2014, 28(3): 292-295.
- [15] 林春燕, 董媛, 张赞华, 等. 《中国药典》(2015年版)蒲黄项下草蒲黄和蒲黄炭的质量标准研究[J]. 中国民族民间医药, 2017, 26(7): 10-14.

(收稿日期 2017年7月6日 编辑 王雅雯)