

# 当归饮片质量控制标准与相关探讨

泮玉华<sup>1</sup>, 王文霞<sup>2</sup>

1. 浙江省乐清市中医院, 浙江 乐清 325600

2. 杭州华东医院集团康润制药有限公司, 浙江 湖州 313301

**[摘要]** 目的: 对不同批次不同外观性状的当归饮片4批样品进行质量分析, 探讨建立当归饮片的炮制加工标准及质量标准。方法: 采用显微鉴别、薄层色谱法、挥发油测定法、高效液相色谱法对各样品进行检测。结果: 在4批当归饮片样品中, 样品3#的浸出物、挥发油、阿魏酸的含量均高于1#, 2#, 4#样品的含量; 柔润, 富油性, 气味香浓的3#样品质量更好; 表面油润不明显, 香气较淡, 切面有裂隙, 触感较为干枯, 脆硬的1#, 2#, 4#样品质量较差。结论: 外观性状不同的当归样品质量存在差异; 对当归药材建立质量标准的同时, 建立其炮制加工标准及质量标准同样重要。

**[关键词]** 当归; 饮片; 外观性状; 质量标准

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 0256-7415 (2019) 02-0008-03

DOI: 10.13457/j.cnki.jncm.2019.02.003

## Quality Analysis on Angelica Sinensis Decoction Pieces in Different Batches

PAN Yuhua, WANG Wenxia

**Abstract:** Objective: To conduct quality analysis on 4 different batches of samples of Angelica sinensis decoction pieces with different appearance characters, and explore the establishment of preparing and processing standards and quality standard. **Methods:** Detected each sample via microscopic identification, thin layer chromatography, determination of volatile oil and high performance liquid chromatography. **Results:** Among the 4 batches of samples of Angelica sinensis decoction pieces, the contents of extract, volatile oil and ferulic acid in the samples 3# were all higher than those in the samples 1#, 2# and 4#. In terms of smoothness, oil enrichment and thick aroma, the quality of the samples 3# was better; in terms of inapparent external oil smoothness, light aroma, cracks in the section and relatively dry texture, the quality of the samples 1#, 2# and 4# was comparatively worse. **Conclusion:** There exists difference in the quality of samples of Angelica sinensis decoction pieces with different appearance characters. When the quality standard of Angelica sinensis is established, it is also significant to establish the preparing and processing standards.

**Keywords:** Angelica sinensis; Decoction pieces; Appearance characters; Quality analysis

当归, 伞科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥根。功能补血活血, 调经止痛, 润肠通便; 临床主要用于治疗血虚萎黄、眩晕心悸、月经不调、经闭痛经、虚寒腹痛、风湿痹痛、跌扑损伤、痈疽疮疡、肠燥便秘等病症<sup>[1]</sup>。我国最早的药学著作《神农本草经》就有关于当归的记载, 至今仍广泛应用于临床, 素有“十方九归”之称。当归功效的物质基础主要是其挥发油、多糖、阿魏酸等<sup>[2]</sup>。现代药理研究表明, 当归挥发油对子宫平滑肌呈兴奋和抑制两种作用<sup>[3]</sup>。阿魏酸具有清除自由基、抗氧化、抗血栓、降血脂等作用<sup>[4]</sup>。

中药饮片是临床中直接使用于患者的药物形式, 其质量好

坏对于中医师施治于患者起着至关重要的作用。故制定其质量标准十分重要, 而其质量标准也应该有异于中药材及中成药。目前, 市场上的当归饮片质量参差不齐, 笔者对外观性状不同的四批当归饮片样品进行质量分析, 为探讨制定当归饮片的质量标准提供依据。

### 1 仪器与材料

**1.1 试剂与仪器** 当归对照药材(中国药品生物制品检定所); 阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所), 藁本内酯对照品(中国药品生物制品检定所); 高效液相色谱仪 Agilent(1200)(安捷伦科技有限公司); 电子天平 AB204-N[梅特勒-托利多仪器

**[收稿日期]** 2018-05-11

**[作者简介]** 泮玉华 (1974-), 女, 副主任中药师, 研究方向: 中药有效成分分析。

(上海)有限公司]; 电子天平 AG-135[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]; 简易偏光显微镜 BM-11(上海彼爱姆光学仪器制造公司); 多功能中药切片粉碎机 DYQ(浙江省瑞安市环球药械厂); YF 系列高速中药粉碎机 118 摇摆式(浙江瑞安市永历制药机械有限公司); 电热恒温鼓风干燥箱 DHG-9076A(上海精宏实验设备有限公司)。

1.2 材料 安徽亳州某医药药材公司提供四批样品: 1# 样品(批次 20121122)、2# 样品(批次 201303050)、3# 样品(批次 20130162)、4# 样品(批次 201307190)

## 2 方法

### 2.1 当归定性鉴别

2.1.1 性状 四批样品呈类圆形、椭圆形或不规则薄片。外表皮黄棕色至棕褐色。样品 1#、2#、4# 切面均显黄白色, 表面油润不明显, 香气较淡, 切面有裂隙, 触感较为干枯, 脆硬; 中间有浅棕色形成层环, 但油点不明显。样品 3# 切面棕黄色, 表面油润明显, 香气浓郁, 质柔润, 味甘、辛、微苦。

2.1.2 显微鉴别 1#、2#、3#、4# 号样品横切面: 木栓层为数列细胞; 栓内层窄, 有少数油室; 韧皮部宽广, 多裂隙, 油室和油管类圆形, 直径 25~160  $\mu\text{m}$ , 外侧较大, 向内渐小, 周围分泌细胞 6~9 个; 形成层成环; 木质部射线宽 3~5 列细胞, 导管单个散在或 2~3 个相聚, 呈放射状排列; 薄壁细胞含淀粉粒。粉末: 粉末淡黄棕色。韧皮薄壁细胞纺锤形, 壁略厚, 表面有极微细的斜向交错纹理, 有时可见菲薄的横隔。梯纹导管和网纹导管多见, 直径约至 80  $\mu\text{m}$ 。有时可见油室碎片。提示 1#、2#、3#、4# 号样品横切面、粉末显微所见大致相同, 显微鉴别没有明显差异。

2.1.3 薄层色谱法 对照药材真伪鉴别: 见图 1。分别取 1#、2#、3#、4# 当归饮片样品粉末(对应图 1 中 1, 2, 3, 4 条带)各 0.5 g, 加乙醚 20 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1 mL 使溶解制备供试品溶液, 各吸取 10  $\mu\text{L}$  点于硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视所见到的斑点。对照药材为取当归对照药材粉末各 0.5 g 按照同样的方法制备的对照药材溶液, 各吸取 10  $\mu\text{L}$  点于样品同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视所见到的斑点。图 1 显示 1#、2#、3#、4# 当归饮片样品和对照药材斑点一致, 说明样品 1#、2#、3#、4# 都是真正的当归, 非伪品。

对照药材成分鉴别: 分别取 1#、2#、3#、4# 当归饮片样品粉末(对应图 2 中 1, 2, 3, 4 条带)各 3 g, 加 1% 碳酸氢钠溶液 50 mL, 超声处理 10 min, 离心, 取上清液用稀盐酸调节 pH 值至 2~3, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解所得到的供试品溶液, 各取 10  $\mu\text{L}$  点于硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4:1:1:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置

紫外光灯(365 nm)下检视所见到的斑点。阿魏酸、藁本内酯分别为阿魏酸和藁本内酯对照品加甲醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的溶液作为对照品溶液, 各取 10  $\mu\text{L}$  点于样品同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4:1:1:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视所见到的斑点。1#、2#、3#、4# 样品溶液与阿魏酸、藁本内酯对照品相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 说明这 4 份当归样品中均含有阿魏酸、藁本内酯。

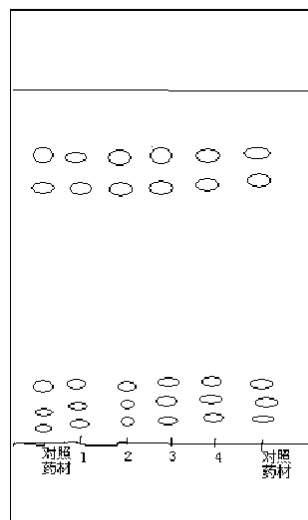


图 1 对照药材真伪鉴别

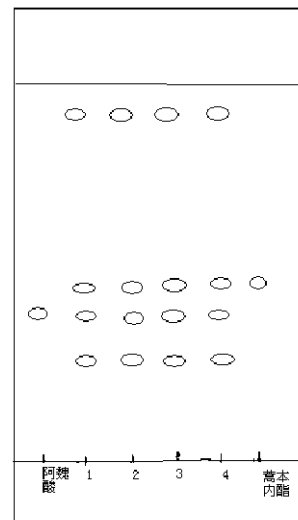


图 2 对照药材成分鉴别

2.2 样本浸出物比较 见表 1。取样品适量, 按照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法测定(2010 版药典一部附录 X A)测定, 用 70% 乙醇作溶剂。(2010 版药典规定标准: 浸出物不得少于 50.0%) 浸出物数量 = 浸出物干固物重 / 称样量  $\times$  稀释倍数  $\times$  (1-水分)  $\times$  100%。结果显示只有样本 3# 满足 2010 版药典规定标准, 浸出物大于 50.0%。

表 1 浸出物的测试结果

类别	称样量(g)	浸出物干固物重(g)	浸出物含量(%)
样本 1#	3.204 9	0.339 1	48.34
	3.264 8	0.345 8	
样本 2#	3.290 8	0.350 3	49.05
	3.362 1	0.358 3	
样本 3#	3.370 5	0.397 5	53.22
	3.325 8	0.382 2	
样本 4#	3.702 9	0.389 4	48.64
	3.723 8	0.392 1	

## 3 含量测定

3.1 挥发油测定 见表 2。取本品适量, 照挥发油测定法(按 2010 版中国药典附录 XD 乙法)测定。结果显示只有样本 3# 满足 2010 版药典规定标准, 挥发油大于 0.4%(mL/g)。

表2 挥发油测定

类别	称样量(g)	挥发油数量(mL)	挥发油含量(%)
样本 1#	100.20	0.32	0.32
样本 2#	98.30	0.34	0.35
样本 3#	101.30	0.64	0.63
样本 4#	100.50	0.38	0.38

**3.2 阿魏酸含量测试** 取本品适量,照高效液相色谱法测定(2010版中国药典附录)。色谱条件与系统适用性试验以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.085%磷酸溶液(17:83)为流动相;检测波长为316 nm;柱温35℃。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于5000。对照品溶液的制备取阿魏酸对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加70%甲醇制成每mL含12 μg的溶液,即得。供试品溶液的制备取本品粉末(过三号筛)约0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇20 mL,密塞,称定质量,加热回流30 min,放冷,再称定质量,用70%甲醇补足减失的质量,摇匀,静置,取上清液滤过,取续滤液,即得。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。本品按干燥品计算,含阿魏酸(C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)不得少于0.050%。结果显示只有样本3#符合规定,含阿魏酸(C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)大于0.050%。

表3 阿魏酸含量测试

类别	称样量(g)	峰面积平均值	样品平均含量(%)
标准品	14.62 μg/mL	766 893	
样品 1#	0.212 3	139 323	0.026
	0.229 5	163 866	
样本 2#	0.221 9	139 897	0.026
	0.222 9	157 673	
样本 3#	0.230 9	452 878	0.075
	0.224 6	442 951	
样本 4#	0.217 0	140 217	0.025
	0.226 5	154 762	

#### 4 讨论

实验结果表明,不同外观性状的当归饮片质量存在一定的

差异。样品3#的浸出物、挥发油、阿魏酸的含量均高于1#、2#、4#样品。外观柔润,富油性,气味香浓的3#样品质量更好;表面油润不明显,香气较淡,切面有裂隙,触感较为干枯,脆硬的1#、2#、4#样品质量较差。

影响药材饮片质量及功效的环节很多,药材的软化方法及干燥方式都是重要影响因素。有学者研究当归饮片洗润法、淋润法、泡润法等软化工艺发现<sup>[9]</sup>,当归药材采用洗润法软化至柔软宜切,所需的软化时间为主根6 h、支根1.5 h,确定当归饮片的最佳软化工艺为洗润法。药材不同干燥方式比较研究,挥发油的含量以熏干品>晒干品>晾干品。熏干品与晒干品干燥时间基本相同,而晾干品的干燥时间较前2种多1倍<sup>[6]</sup>。显然干燥初期快速烘干药材表皮,可减少挥发油的损失。醇浸出物的含量以当归熏干品较高。当归熏干样品中阿魏酸含量明显高于其它2种。

可见,当归饮片质量不但与产地有关,与加工工艺也有很大的关系。在确立当归药材的质量标准同时,也应该相应的确立饮片的炮制加工标准及饮片质量标准,这样才能保证市场上的当归饮片质量比较稳定,这对饮片发挥其相应的功效以及制成稳定的中成药制剂都有很重要的意义。

#### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会编. 中国药典(一部)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 124.
- [2] 侯家玉, 方泰惠. 中药药理学[M]. 2版. 北京: 中国中医药出版社, 2007: 38-41.
- [3] 杜俊蓉, 白波, 余彦, 等. 当归挥发油研究新进展[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(18): 1400.
- [4] 仇萍, 袁涛, 王美丽. 灵芝口服液灵芝多糖含量测定方法研究[J]. 湖南中医药导报, 2000, 6(3): 37-38.
- [5] 滕菲, 张学兰, 徐鑫. 当归饮片的软化工艺研究[J]. 青岛科技大学学报(自然科学版), 2009, 30(2): 131-132.
- [6] 郭玫, 李应东, 邵晶, 等. 同干燥方式对当归质量的影响[J]. 中成药, 2004, 26(1): 36.

(责任编辑: 冯天保)