

甘草药材等级标准分析

蔡广知, 赵凌, 王莎莎, 贡济宇*
(长春中医药大学药学院, 长春 130117)

[摘要] **目的:**通过对甘草药材的性状与主要化学成分指标进行分析,探索甘草药材性状与成分指标间的关联性,构建甘草药材的等级评价标准,为甘草药材的品质评价和质量控制提供参考。**方法:**将甘草药材外观性状指标与内在指标成分进行相关性分析、主成分分析和聚类分析,依据分析结果合理划分甘草药材等级并构建等级评价标准。**结果:**一等甘草药材:粗端直径 >1.60 cm,中部围度 >3.76 cm,内芯色度 b^* >13.88 ,外皮色度 a^* >37.61 ,甘草苷质量分数 $>1.13\%$,无虫蛀腐烂和杂质。二等甘草药材:粗端直径为 $1.39\sim 1.60$ cm,中部围度为 $3.09\sim 3.76$ cm,内芯色度 b^* 为 $10.22\sim 13.88$,外皮色度 a^* 为 $35.57\sim 37.61$,甘草苷质量分数 $0.69\%\sim 1.13\%$,无虫蛀腐烂和杂质。三等甘草药材:粗端直径为 $1.08\sim 1.39$ cm,中部围度 $2.41\sim 3.09$ cm,内芯色度 b^* 为 $5.16\sim 10.22$,外皮色度 a^* 为 $29.19\sim 35.57$,甘草苷质量分数为 $0.55\%\sim 0.69\%$,无虫蛀,无腐烂。等外甘草药材:粗端直径 <1.08 cm,中部围度 <2.41 cm,内芯色度 b^* <5.16 ,外皮色度 a^* <29.19 ,甘草苷质量分数 $<0.55\%$ 。**结论:**该文建立的等级评价标准综合运用了外观、内在等多项指标,具有科学性、全面性、实用性等特点,可用于甘草药材的等级评价。

[关键词] 甘草; 内在指标成分; 外观性状; 等级评价

[中图分类号] R284.1;R289;R22;R2-031 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2019)10-0141-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20190319

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20181115.0939.010.html>

[网络出版时间] 2018-11-16 16:44

Grade Standard of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma

CAI Guang-zhi, ZHAO Ling, WANG Sha-sha, GONG Ji-yu*

(School of Pharmaceutical Science, Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130117, China)

[Abstract] **Objective:** To explore the correlation between the characters and chemical constituents of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma through the analysis of characters and main chemical constituents of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, and establish the grade evaluation criteria of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, so as to provide reference for the quality evaluation and quality control of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma. **Method:** Correlation analysis, principal component analysis and cluster analysis were carried out for appearance and intrinsic indexes of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma. **Result:** Class I of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma: the diameter of big end was more than 1.60 cm, middle circumference was more than 3.76 cm, inner core chromaticity b^* was more than 13.88 , outer skin chromaticity a^* was more than 37.61 , glycyrrhizin content was more than 1.13% , with no worm, rot and impurity. Class II of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma: the diameter of big end was $1.39\sim 1.60$ cm, the middle circumference was $3.09\sim 3.76$ cm, the inner core chromaticity b^* was $10.22\sim 13.88$, the skin chromaticity a^* was $35.57\sim 37.61$, glycyrrhizin content was $0.69\%\sim 1.13\%$, with no worm, rot and impurity. Class III of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma: the diameter of the big end was $1.08\sim 1.39$ cm, the middle circumference was $2.41\sim 3.09$ cm, the inner core chromaticity b^* was $5.16\sim 10.22$, the skin chromaticity a^* was

[收稿日期] 20180625(001)

[基金项目] 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-JL-25)

[第一作者] 蔡广知,博士,副教授,从事中药资源与中药鉴定研究,E-mail:80188429@qq.com

[通信作者] *贡济宇,博士,教授,从事中药分析学及药物分析学研究,E-mail:gjy0431@126.com

29.19-35.57, glycyrrhizin content was 0.55% -0.69%, with no worm and rot. Substandard Glycyrrhizae Radix et Rhizoma: the diameter of the big end was lower than 1.08 cm, the central circumference was lower than 2.41 cm, the inner core color b^* was lower than 5.16, the outer skin color a^* was lower than 29.19, and glycyrrhizin content was lower than 0.55%. **Conclusion:** The grade evaluation standards established in this paper include appearance and intrinsic indexes, with scientific, comprehensive and practical characteristics. It can be used for the grade evaluation of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma medicinal materials.

[Key words] Glycyrrhizae Radix et Rhizoma; intrinsic index components; appearance characteristics; grade evaluation

甘草为豆科植物甘草、胀果甘草或光果甘草的干燥根和根茎^[1]。甘草为常用大宗药材,其药性平和,通行十二经脉,有调和诸药、解毒、补虚、止咳润肺等多种功效^[2],现代药理表明甘草具有抗肿瘤、抗氧化、抗炎、保肝、降血糖等药理活性^[3]。

随着甘草医学研究的深入和开发力度的加大,甘草的市场需求也在逐年加大,导致野生资源迅速枯竭,目前市场上甘草药材多为人工种植,由于地理环境的差异、人们种植不规范导致其质量千差万别、鱼目混杂、良莠不齐。1984 年我国颁布了《七十六种中药材商品规格标准》^[4]建立起一套中药材规格等级标准,但该标准仅采用性状进行分等,未能全面对药材质量进行分析,缺乏科学依据,早已不适用现今药材市场,具有一定的局限性,为了更加准确而全面地评价甘草药材的质量,急需制定新的等级评价标准。

近年来,针对中药等级研究已有多篇报道,包括中药饮片和中药材商品规格等级研究,采用的方法有质量常数法^[5],相对质量常数法^[6],复合质量常数法^[7],数理统计法^[8]等。针对甘草饮片的等级研究较多,而对甘草药材的等级研究报道较少,考察的因素和指标都不够全面,具有一定的局限性。为了能够更加综合、客观、科学地评价甘草药材的质量,本文通过探索甘草药材性状与指标成分间的关联性,综合外观及内在指标,构建了甘草药材等级评价标准,为甘草药材的综合质量评价提供了科学依据,可以促进甘草药材的合理配置,实现优质优价、规范市场监管。

1 材料

1100 系列高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司);AB135-S 型 1/10 万电子天平,AL204 型 1/1 万电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司);3nhNH-A-1808 型高品质电脑色差仪(深圳市方和正科技有限公司)。

甘草苷、甘草酸铵(中国食品药品检定研究院,

纯度 $\geq 93.1\%$, $\geq 93.0\%$,批号分别为 111610-201607,110731-201619);色谱甲醇,色谱乙腈,超纯水,其他试剂均为分析纯。

本实验收集了 33 批不同质量的甘草药材,经长春中医药大学翁丽丽教授鉴定均为豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* 的干燥根和根茎。样品信息见表 1。

选用市售 33 批甘草药材,参照《七十六种中药材商品规格标准》,根据外观性状进行药材规格分等,具体样品信息见表 1。

2 方法与结果

2.1 指标成分的含量测定

2.1.1 色谱条件 依利特 C_{18} 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m)。流动相乙腈(A)-0.05% 磷酸水(B)梯度洗脱(0~8 min, 19% A; 8~35 min, 19%~50% A; 35~36 min, 50%~100% A; 36~40 min, 100%~19% A),检测波长为 237 nm。理论板数按甘草苷峰计算应不低于 5 000。

2.1.2 对照品溶液的制备 取甘草苷对照品、甘草酸铵对照品适量,精密称定,加 70% 乙醇,分别制成每 1 mL 含甘草苷 22 μ g,甘草酸铵 0.21 mg 的溶液(甘草酸质量 = 甘草酸铵质量/1.020 7)。

2.1.3 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% 乙醇 100 mL,密塞,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用 70% 乙醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,0.22 μ m 滤膜滤过,即得。

2.1.4 样品测定 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.2 甘草药材形态学参数测定 对甘草药材的外观性状进行考察,考察指标有长度、粗端直径、中部围度、外皮色度、内芯色度。药材的长度易受到采挖、加工、保存等操作影响,具有不可控性,故而不将长度作为其外观指标。

表 1 33 批甘草药材样品信息

Table 1 33 batches of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma sample information

批次	产地	等级	批号	批次	产地	等级	批号
GC-01	吉林白城	三	gezl2-20170916	GC-18	新疆阜康	三	ged3-20170816
GC-02	吉林白城	三	gezc1-20171015	GC-19	新疆阜康	三	ged3-20171016
GC-03	吉林白城	二	gezl2-20170812	GC-20	新疆阜康	三	ged3-20171016
GC-04	吉林白城	二	gezl1-20171018	GC-21	新疆阜康	三	ged3-20170816
GC-05	吉林白城	三	gezl1-20170818	GC-22	新疆阜康	一	ged3-20171015
GC-06	安徽亳州	一	gezl1-20170916	GC-23	新疆阜康	二	gezc3-20170817
GC-07	安徽亳州	三	gezl2-20170816	GC-24	新疆阜康	一	gezc3-20170915
GC-08	安徽亳州	二	gezl2-20170916	GC-25	新疆阜康	一	gezc3-20170917
GC-09	安徽亳州	二	gezl2-20170916	GC-26	新疆阜康	三	gezc3-20171017
GC-10	安徽亳州	三	gezl2-20171016	GC-27	内蒙古	二	gezc2-20170817
GC-11	甘肃陇西	二	gezl1-20170918	GC-28	内蒙古	一	gezc3-20170917
GC-12	甘肃陇西	三	gezl1-20171018	GC-29	内蒙古	一	gezc2-20170915
GC-13	甘肃陇西	二	gezl1-20170818	GC-30	内蒙古	二	gezc2-20170812
GC-14	甘肃陇西	二	gezl1-20171018	GC-31	内蒙古	二	gezc2-20170912
GC-15	甘肃陇西	二	gezl1-20170818	GC-32	内蒙古	三	gezc2-20171015
GC-16	甘肃陇西	三	gezl1-20171018	GC-33	内蒙古	二	gezc2-20171015
GC-17	甘肃陇西	一	gezl-20170918				

为减少研究误差,每批样品随机选取 3 组,每组 10 根药材作为测量对象^[9],测量粗端直径、中部围度,并求出每组平均直径 R,平均围度 S。

2.3 甘草内芯、外皮色度测定 色度常用评价系统为 CIE 1976 $L^*a^*b^*$ 标准色度系统,其中 L^* 表示明度, a^* 和 b^* 表示不同的色调方向。 L^* 值越大明度越大,色泽越白;反之越暗。 a^* 表示红绿方向, $+a^*$ 表示红方向, $-a^*$ 表示绿方向。 b^* 表示黄蓝方向, $+b^*$ 表示黄方向, $-b^*$ 表示蓝方向^[10]。

甘草药材润湿后,施以压力令外皮脱落,干燥,收集外皮打粉。取脱皮的甘草药材内芯打粉。分别置于色度仪中,校正背景后,进行测量。每个样品重复测定 3 遍,记录色度指标的平均值。

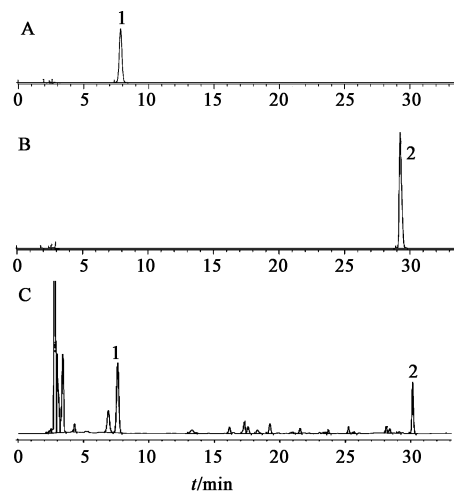
2.4 外观性状与内在指标相关性分析 利用 SPSS 20.0 软件处理数据。对选取的内外在指标进行线性相关性分析,确定指标成分与外观性状的相关程度;选择相关性较高的指标成分和外观性状进行主成分分析和聚类分析,筛选甘草药材等级划分指标^[11-13]。

2.5 主成分分析 将筛选得到的指标进行主成分分析。

2.6 聚类分析 根据得出的评价指标数据,将样品进行系统聚类分析。

3 结果与分析

3.1 含量测定结果 依据 2015 年版《中国药典》一部甘草药材项下【含量测定】方法,对收集的 33 批甘草药材进行测定,发现第 1, 2, 5, 7, 10, 11, 20, 21, 32 批甘草药材的甘草苷、甘草酸含量未达到 2015 年版《中国药典》标准,故不作为等级研究对象,具体结果见图 1, 表 2。



1. 甘草苷; 2. 甘草酸铵; A, B. 对照品; C. 供试品

图 1 甘草苷、甘草酸铵, 甘草样品 HPLC 色谱

Fig. 1 HPLC map of glycyrrhizin, ammonium glycyrrhizinate, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma sample

表 2 甘草药材中 2 种成分含量测定

Table 2 Determination of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma of 2 contents %

批次	甘草苷	甘草酸	批次	甘草苷	甘草酸
GC-01	0.521	1.837	GC-18	0.588	2.271
GC-02	0.488	1.521	GC-19	0.536	2.216
GC-03	0.553	2.069	GC-20	0.464	1.495
GC-04	0.678	2.202	GC-21	0.675	1.902
GC-05	0.550	1.728	GC-22	1.070	2.237
GC-06	1.238	2.284	GC-23	0.713	2.141
GC-07	0.562	1.569	GC-24	1.058	2.263
GC-08	0.631	2.165	GC-25	1.127	2.203
GC-09	0.556	2.116	GC-26	0.515	2.179
GC-10	0.466	1.379	GC-27	0.761	2.367
GC-11	0.473	1.265	GC-28	1.110	2.150
GC-12	0.752	2.231	GC-29	1.083	2.180
GC-13	0.551	2.144	GC-30	0.824	2.342
GC-14	0.591	2.084	GC-31	0.577	2.352
GC-15	0.667	2.112	GC-32	0.620	1.890
GC-16	0.526	2.022	GC-33	0.536	2.316
GC-17	1.254	2.530			

3.2 甘草药材形态学参数测定 取合格批次的甘草药材,测定其粗端平均直径 R,中部平均围度 S,结果见表 3。

表 3 甘草药材形态学参数测定

Table 3 Results of morphological parameters determination of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma cm

批次	粗端平均直径 R	中部平均围度 S	批次	粗端平均直径 R	中部平均围度 S
GC-03	1.21	2.40	GC-19	1.01	2.30
GC-04	1.41	3.10	GC-22	1.56	3.65
GC-06	1.71	3.96	GC-23	1.44	3.10
GC-08	1.34	2.90	GC-24	1.51	3.62
GC-09	1.22	2.60	GC-25	1.59	3.83
GC-12	1.45	3.41	GC-26	0.74	1.90
GC-13	1.19	2.40	GC-27	1.45	3.41
GC-14	1.34	2.80	GC-28	1.58	3.70
GC-15	1.38	3.03	GC-29	1.57	3.68
GC-16	0.82	2.14	GC-30	1.47	3.50
GC-17	1.66	3.88	GC-31	1.23	2.78
GC-18	1.34	2.80	GC-33	1.05	2.32

3.3 甘草药材色度测定 取合格批次的甘草药材,

测量其内芯色度、外皮色度,结果见表 4。

表 4 甘草药材内芯、外皮色度测定

Table 4 Chromaticity determination of inner core and outer skin of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma

批次	内芯色度		外皮色度	
	L^*	b^*	L^*	a^*
GC-03	32.67	5.57	72.54	29.19
GC-04	30.43	7.79	70.07	32.66
GC-06	25.26	13.65	66.38	38.23
GC-08	29.76	10.22	68.69	35.57
GC-09	32.83	5.38	73.11	30.89
GC-12	29.64	9.87	68.83	30.99
GC-13	30.12	8.26	63.13	31.24
GC-14	29.99	9.51	68.76	33.07
GC-15	31.22	7.19	70.85	32.33
GC-16	34.58	4.37	76.64	27.45
GC-17	24.09	15.32	64.68	35.14
GC-18	33.81	5.45	75.52	28.07
GC-19	33.59	5.66	74.91	28.96
GC-22	24.10	14.87	66.05	38.76
GC-23	31.53	5.98	71.02	32.11
GC-24	26.87	12.63	87.21	37.82
GC-25	24.93	14.03	86.84	38.02
GC-26	33.35	5.04	74.02	29.67
GC-27	29.88	8.03	69.84	32.83
GC-28	27.01	12.14	67.57	37.09
GC-29	24.86	14.54	66.48	38.21
GC-30	30.84	7.65	70.23	32.58
GC-31	33.77	4.57	75.13	28.69
GC-33	32.58	5.21	73.62	30.56

3.4 相关性分析 将甘草药材的外观指标(粗端直径、中部围度、内芯色度、外皮色度)与内在含量指标(甘草苷、甘草酸)进行相关性分析,结果见表 5。

通过表 5 可知,甘草药材粗端直径与中部围度,内芯色度 b^* ,外皮色度 a^* 和甘草苷含量呈极显著正相关,说明甘草越粗,中部围度越大,内芯越黄,外皮越红,甘草苷含量越高;甘草药材中部围度与内芯色度 b^* ,外皮色度 a^* ,甘草苷含量呈极显著正相关,与甘草酸含量呈显著正相关,说明甘草中部围度越大,内芯越黄,外皮越红,甘草苷和甘草酸的含量越高。由于内芯色度 L^* ,外皮色度 L^* 与其他指标

准。本实验得出的结论与传统经验鉴别方法相一致,以下外观性状指标可用作甘草药材的等级评价参数:甘草药材粗端直径、中部围度,内芯色度,外皮色度。在实际应用时,为增加便利性、减少操作成本,可采用以上4种外观指标进行药材等级划分。

本文运用现代分析方法,初步探讨了甘草药材外观性状与内在指标的关系,对甘草药材等级划分及规范使用具有积极意义。在后续研究中,还可增加评价指标如总皂苷和总黄酮等,结合生物效价测定来综合评价其质量情况,制定更客观、合理的等级划分标准。

[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,2015:86.
- [2] 任玲. 甘草有效成分的药理活性研究[J]. 生物技术世界,2016(5):227.
- [3] 姜雪,孙森凤,王悦,等. 甘草药理作用研究进展[J]. 化工时刊,2017,31(7):25-28.
- [4] 中华人民共和国卫生部,国家医药管理局. 七十六种药材商品规格标准[M]. 1984:4.
- [5] 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.

- [6] 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.
- [7] 曹雪,蔡广知,赵凌,等. 基于复合质量常数的北柴胡饮片等级评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(18):36-41.
- [8] 康传志,周涛,江维克,等. 根类药材商品规格等级标准研究模式探讨[J]. 中国中药杂志,2016,41(5):769-775.
- [9] 刘大会,徐娜,郭兰萍,等. 三七药材质量特征和商品规格等级标准研究[J]. 中国中药杂志,2016,41(5):776-785.
- [10] 邹慧琴,李硕,林相龙,等. 基于色度学理论的甘草颜色数字化方法学研究[J]. 世界科学技术—中医药现代化,2014,16(12):2681-2685.
- [11] 曹旭林,徐昌艳,邓强,等. 商品天冬等级与其活性物质含量的相关性分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(22):55-59.
- [12] 陈小红,陈康,潘超美,等. 化橘红药材商品规格等级标准分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(11):23-28.
- [13] 翁德会,刘先琼,许腊英,等. 不同等级厚朴饮片质量评价指标的系统聚类分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(23):6-10.

[责任编辑 顾雪竹]