

不同采收期肉苁蓉中松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱及可溶性多糖量的测定及其道地性研究

王雪媛¹, 肖波¹, 张治峰², 何燕峰³, 曹丽娟⁴, 李天祥^{1*}

1. 天津中医药大学, 天津 300193

2. 内蒙古曼德拉沙产业开发有限公司, 内蒙古 阿拉善左旗 750300

3. 天津天士力中药科技发展有限公司, 天津 300410

4. 天津盛实百草药业有限公司, 天津 300301

摘要:目的 考察春、秋两采收期道地产区内蒙古阿拉善盟肉苁蓉 *Cistanche deserticola* 中松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱、可溶性多糖及其浸出物的量, 并研究其道地性。方法 采用 HPLC-UV 法测定松果菊苷及毛蕊花糖苷量, 采用 HPLC-ELSD 法测定半乳糖醇及甜菜碱量, 采用 UV-VIS 法测定可溶性多糖量, 采用醇溶性浸出物测定法测定浸出物。结果 春季、秋季肉苁蓉中指标成分总量均达到《中国药典》2015 年版规定水平, 且春季的量较高, 达 12.21 mg/g, 是秋季样品量的 3 倍多, 为《中国药典》2015 年版规定量的 4 倍。毛蕊花糖苷的量在春季样品显著高于秋季, 约为秋季的 30 倍, 波动极大; 甜菜碱的量在春季样品中也显著高于秋季; 可溶性多糖的量在春、秋季样品中均处于较高水平, 尤其是秋季样品中高达 13.7%; 半乳糖醇及浸出物的量在秋季样品中显著高于春季。结论 肉苁蓉春季、秋季样品中毛蕊花糖苷量波动极大; 本品含有丰富的可溶性多糖、半乳糖醇, 而“油亮、体重、肥厚、质柔润、味甘”为肉苁蓉道地性内在品质特征, 丰富的多糖、半乳糖醇是其品质形成的物质基础, 可增加多糖作为评价其质量特征的指标成分之一。

关键词: 肉苁蓉; 采收期; 松果菊苷; 毛蕊花糖苷; 半乳糖醇; 甜菜碱; 可溶性多糖; 浸出物; 道地性; 质控标准

中图分类号: R286.2

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2017)18-3841-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2017.18.027

Study on five efficacy components, geoherbalism of *Cistanche deserticola* from genuine producing area in different collecting seasons

WANG Xue-yuan¹, XIAO Bo¹, ZHANG Zhi-feng², HE Yan-feng³, CAO Li-juan⁴, LI Tian-xiang¹

1. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China

2. Inner Mongolia mandela sand industry development co., LTD, Alxa Left Banner 750300, China

3. Tianjin Tasly TCM Science and Technology Development Co., Ltd., Tianjin 300410, China

4. China Medico Corporation, Tianjin 300301, China

Abstract: Objective To investigate the contents of major five functional components (echinacoside, verbascoside, galactitol, betaine, soluble polysaccharide, and extractums) in *Cistanche deserticola* harvested in spring and autumn from genuine producing area in Alax Banner of Inner Mongolia. **Methods** HPLC-UV was applied to measuring the contents of echinacoside and verbascoside. HPLC-ELSD was used for determining the contents of galactitol and betaine. UV-VIS was utilized for analyzing the content of soluble polysaccharide. **Results** The index components of two samples' harvested in spring and autumn were all up to the standard of *Chinese Pharmacopoeia*. The samples harvested in spring contain 12.21 mg/g, which was twice of the autumn samples and fourfold of the standard of *Chinese Pharmacopoeia*. Based on verbascoside and betaine, the content of spring samples was significantly higher than the autumn samples, which was up to thirtyfold and it had great fluctuation among samples; Based on soluble polysaccharide, the content of spring and autumn samples were all at a high level, especially autumn samples was up to 13.7%; Based on galactitol and extractums, the content of autumn samples was significantly higher than the spring samples. **Conclusion** The content of verbascoside in *C. deserticola* has great fluctuation among samples. *C. deserticola*, that is rich in galactitol and soluble polysaccharide that authentic inner quality characteristics are "Glossy, Heavy, Fleshy, Quality soft, Sweet". Nevertheless, the ample galactitol and soluble polysaccharide is

收稿日期: 2017-04-05

基金项目: 内蒙古自治区科技计划项目 (NK20150168); 科技服务项目: 天津引种中药材规范化培育的系统研究; 科技服务项目: 基于药效物质基础的精标饮片组分权重比整体质量控制体系建立的研究

作者简介: 王雪媛 (1990—), 女, 在读硕士, 研究方向为中药质量控制与资源开发。E-mail: 630436676@qq.com

***通信作者** 李天祥, 男, 教授, 研究方向为中药资源开发。Tel: (022)59596292 E-mail: litianxiang612@sina.com

the material basis of quality formation, it is more reasonable to add the soluble polysaccharide as one of the index component to evaluate its quality characteristics. The standard of *Chinese Pharmacopoeia* points out the moisture limit of succulent herb is 10% may not be reasonable. The further improvement of the standard of *C. deserticola*'s quality or separation of *C. deserticola* was discussed in this manuscript.

Key words: *Cistanche deserticola* Y. C. Ma; collecting seasons; echinacea; rosine glycosides; galactitol; betaine; soluble polysaccharides; geoherbism; extracts; quality control standard

肉苁蓉为列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 或管花肉苁蓉 *Cistanche tubulosa* (Schenk) Wight 的干燥带鳞叶的肉质茎^[1]。前者习称“软大芸”，为历史悠久的名贵道地药材，内蒙古阿拉善盟为其道地产区^[2]。本品具有补肾阳、益精血、润肠通便之功效^[3]，《本草纲目》记载“此物补而不峻，故有从容之称”^[4]，肉苁蓉中的“肉”体现了本品肥厚质润的性状特征，“苁蓉”表达了发挥功效的特点。肉苁蓉活性成分丰富，主要含有苯乙醇苷类^[5]、环烯醚萜类、挥发性成分、生物碱、多糖、甜菜碱等成分^[6]，其中松果菊苷和毛蕊花糖苷属于苯乙醇苷类成分，是《中国药典》2015 年版规定的指标成分，苯乙醇苷类具有补肾阳、神经保护等作用；多糖类具有提高免疫力、延缓衰老等作用；甜菜碱具有保肝、抗肿瘤的作用；半乳糖醇具有润肠通便的作用。肉苁蓉为濒危物种，自然资源长期匮乏，远远无法满足当前市场需求，自 2010 年起，内蒙古阿拉善盟左旗苏海图基地栽培肉苁蓉寄主植物梭梭 200.10 km²，并接种 33.35 km² 肉苁蓉，有效缓解了市场的供需矛盾。由于本品活性成分复杂，功效主治较多，为了更客观揭示本品的道地品质特征，本研究拟以道地药材的临床疗效和本草学为基础，充分重视中药的药效物质基础和关键活性物质的确定，逐步建立与肉苁蓉药材的功能主治相关的整体质量评价体系。因此，本研究以阿拉善盟所产肉苁蓉为研究对象，基于春、秋 2 个采收期和 5 种功效成分松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱、可溶性多糖以及浸出物量，进行较全面考察和分析，为进一步揭示肉苁蓉整体质量特征和道地性品质内涵提供数据支撑。

1 材料与仪器

1.1 材料

样品于春季（2015-05）和秋季（2015-10）采集于内蒙古阿拉善左旗苏海图肉苁蓉种植基地，分别编号为 1~3，接种 3 年，经天津中医药大学李天祥教授鉴定为列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma。样品经流水洗净，去除泥沙，室内阴干，再于 55 ℃ 烘干至恒定质量，粉碎，过 4

号筛，备用。

1.2 仪器与试剂

美国 Alltech 1500 系列高效液相色谱仪，配置 B05 型高压梯度泵、UV1000 型全波段可编程紫外可见检测器、2000ES 型蒸发光散射检测器、CSCromPlus 色谱工作站；UV-6100PCS 型紫外可见分光光度计（上海美普达有限公司），YHG-600-BS-II 型远红外快速干燥箱（上海贺德实验设备有限公司）；XMTD-4000 型二列四孔智能水浴锅（河南省巩义市仪器有限责任公司），KDM 型调温电热套（山东省鄄城永兴仪器厂），R-1001N 旋转蒸发仪（郑州长城科工贸有限公司），FA2104 电子天平（上海舜宇恒平科技仪器有限公司）；甲醇、乙腈（色谱纯，天津市康科德科技有限公司），移液枪（赛默飞世尔科技有限公司），甲酸（色谱纯，天津市光复精细化工研究所），95%乙醇、无水乙醇（分析纯，天津市江天化工技术有限公司），硫酸（分析纯，天津市化学试剂五厂），蒽酮（分析纯，上海科丰化学试剂有限公司），娃哈哈纯净水（天津娃哈哈宏振饮料有限公司）；对照品松果菊苷（批号 MUST-14080710）、甜菜碱（批号 MUST-14080710）、无水葡萄糖（批号 MUST-14080710）购于北京鼎国昌盛技术有限公司，质量分数均大于 98%；对照品毛蕊花糖苷（批号 PM0321SA14）、半乳糖醇（批号 SS0905HA14）购于上海生物科技有限公司，质量分数均大于 98%。

2 方法

2.1 松果菊苷及毛蕊花糖苷的测定

2.1.1 对照品溶液的制备 依次精密称定松果菊苷和毛蕊花糖苷对照品 2.2、0.12 mg，加入 50%甲醇定容至 10 mL 量瓶中，即得含 0.22 mg/mL 松果菊苷和 0.012 mg/mL 毛蕊花糖苷的混合对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取药材干燥粉末 1.000 g，精密称定，置于 100 mL 棕色量瓶中，精密加入 50%甲醇 50 mL，密塞，摇匀，称定质量，浸泡 30 min 后，超声 40 min（功率 250 W，频率 35 kHz），取出放凉，再称定质量，补质量，静置，取上清液，0.45 μm 微孔滤膜滤过，取续滤液，即得松果菊苷、毛蕊花糖苷供试液。

2.1.3 色谱条件 色谱柱 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈ 柱; 流动相 甲醇 (A) -0.1% 甲酸水溶液 (B) 梯度洗脱, 0~15 min, 32% A; 15~18 min, 32%~34% A; 18~37 min, 34% A; 37~40 min, 34%~32% A; 40~50 min, 32% A; 体积流量 1 mL/min; 洗脱时间 50 min; 检测波长 334 nm; 进样量 10 μ L。色谱图见图 1。

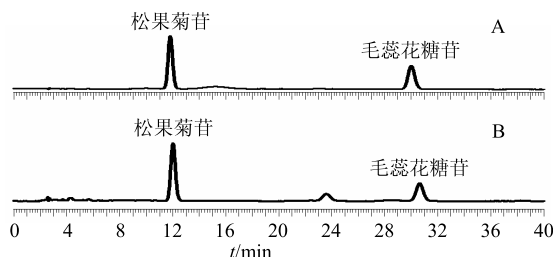


图 1 松果菊苷和毛蕊花糖苷对照品 (A) 和肉苁蓉样品 (B) HPLC 图

Fig. 1 HPLC of reference substances (A) and *C. deserticola* samples (B)

2.2 半乳糖醇的测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称定半乳糖醇对照品 3.9 mg, 加入 50% 甲醇定容至 10 mL 量瓶中, 得含 0.39 mg/mL 半乳糖醇的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取药材干燥粉末 1.000 g, 精密称定, 置于 250 mL 三角瓶中, 精密加入 50% 甲醇 100 mL, 密塞, 摇匀, 称定质量, 浸泡 30 min 后, 超声 40 min, 取出放凉, 转移定容至 100 mL 量瓶中, 吸取 0.4 mL 供试液, 稀释至 25 mL 棕色量瓶中, 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。

2.2.3 色谱条件 色谱柱 Diamonsil C₁₈ 柱; 流动相为 乙腈-水 (90:10); 体积流量 0.5 mL/min; 蒸发光检测器; 漂移管温度 80 $^{\circ}$ C; 载气体积流量 2.4 L/min; 洗脱时间 10 min; 进样量 5 μ L。色谱图见图 2。

2.3 甜菜碱的测定

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称定甜菜碱对照品 1.2 mg, 加入 80% 甲醇定容至 10 mL 量瓶中, 即得质量浓度为 0.12 mg/mL 葡萄糖对照品溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备 取药材干燥粉末 0.100 g, 精密称定, 置于 100 mL 三角瓶中, 精密加入 80% 甲醇 40 mL, 密塞, 摇匀, 称定质量, 浸泡 20 min 后, 超声 30 min, 取出放凉, 补充质量, 静置, 取上清液, 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得甜菜碱供试品溶液。

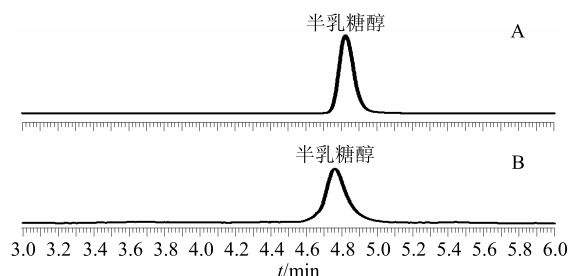


图 2 半乳糖醇对照品 (A) 和肉苁蓉样品 (B) HPLC 图
Fig. 2 HPLC of reference substances (A) and *C. deserticola* samples (B)

2.3.3 色谱条件 色谱柱 Venusil XBP NH₂ 柱; 流动相为 甲醇-0.1% 甲酸水溶液 (80:20); 体积流量 0.6 mL/min; 蒸发光检测器; 漂移管温度 90 $^{\circ}$ C; 载气体积流量 2.2 L/min; 洗脱时间 15 min; 进样量 10 μ L。色谱图见图 3。

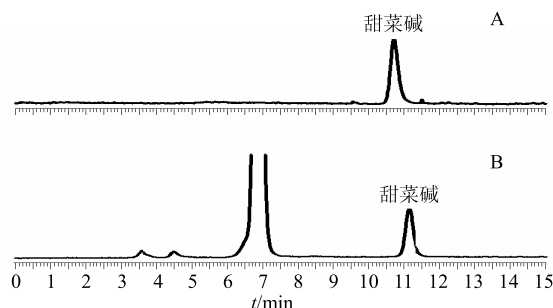


图 3 甜菜碱对照品 (A) 和肉苁蓉样品 (B) HPLC 图
Fig. 3 HPLC of reference substances (A) and *C. deserticola* samples (B)

2.4 可溶性多糖的测定

2.4.1 对照品溶液的制备 取无水葡萄糖对照品 6.2 mg 精密称定, 加入蒸馏水定容至 10 mL 量瓶中, 即得含 0.62 mg/mL 葡萄糖对照品溶液。

2.4.2 供试品溶液的制备 取肉苁蓉药材干燥粉末 1.000 g, 精密称定, 置于 250 mL 圆底烧瓶中, 向其加入 95% 乙醇 50 mL 水浴回流 2 次, 每次 1 h, 滤过, 弃去 2 次滤液, 回收滤渣, 滤渣加水 50 mL, 回流 2 次, 每次 2 h, 滤过, 合并 2 次滤液, 活性炭脱色后转移定容至 100 mL 量瓶中, 取 1 mL 溶液稀释至 50 mL 量瓶中即得多糖供试品溶液。

2.4.3 检测条件 取 0.200 g 蒽酮, 精密称定, 浓硫酸定容至 100 mL 量瓶中, 即得。取供试品溶液 2 mL, 加入至 50 mL 具塞试管中, 冰水浴中缓慢滴入 5 mL 硫酸蒽酮, 摇匀, 置于沸水浴中 10 min, 取出, 冰水浴冷却后, 以蒸馏水做空白对照, 626 nm 下测得吸光度 (*A*) 值, 并根据 *A* 值计算多糖量。

$$W=(C \times 50 \times 100)/\text{样品质量} \times 1\,000$$

W 为多糖量, C 为样品无水葡萄糖的质量浓度

2.5 浸出物的测定

取供试品 4.000 g, 精密称定, 置于 250 mL 锥形瓶中, 精密加入稀乙醇 (取 529 mL 无水乙醇, 加水稀释至 1 000 mL, 即得 49.5%~50.5%乙醇的溶液) 100 mL, 密塞, 冷浸, 前 6 h 内振摇, 再静置 18 h, 用干燥过滤装置迅速滤过, 取续滤液 20 mL 置于干燥至恒定质量的蒸发皿中, 放于水浴锅上蒸干, 蒸干后在放置于 105 °C 的烘箱中干燥 3 h, 取出后静置于干燥器中冷却 30 min, 称定质量, 以干燥品计算醇溶性浸出物量。

2.6 方法学考察

2.6.1 线性关系考察 精密量取松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱、无水葡萄糖对照品各 6 份, 按照一定比例稀释, 配成系列对照品溶液, 注入高效液相色谱仪及紫外可见分光光度计, 测定, 以峰面积或 A 值 (Y) 对质量浓度 (X) 作标准曲线, 计算得到 5 种成分标准曲线, 结果见表 1。

2.6.2 精密度试验 精密吸取各对照品溶液适量, 按上述各色谱条件重复 6 次, 测定各自峰面积及 A 值, RSD 分别为 0.34%、0.58%、0.91%、1.16%、

0.04%。结果表明仪器精密度良好。

2.6.3 重复性试验 精密称定 1 号 (春) 样品粉末 1.000 g 各 6 份, 分别按各供试品溶液制备项下制备供试品溶液, 注入液相色谱仪, 测定各自峰面积, 可溶性多糖应用紫外可见分光光度法在 626 nm 下测定 A 值, RSD 分别为 1.52%、1.88%、1.51%、0.40%、0.98%。结果表明方法重复性良好。

2.6.4 稳定性试验 精密吸取 1 号 (春) 样品各供试品溶液适量, 注入液相色谱仪中, 测定 0、1、2、3、4、5 h 下的峰面积, RSD 分别为 1.98%、1.69%、1.90%、2.27%, 表明样品溶液在 5 h 内稳定。可溶性多糖供试品溶液应用紫外可见分光光度法在 626 nm 下测定 A 值, 测定 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 h 下的 A 值, RSD 为 0.03%, 表明样品溶液在 2.5 h 内稳定性良好。

2.6.5 加样回收率试验 精密称取样品 6 份, 分别加入相应对照品即松果菊苷 1.92 mg、毛蕊花糖苷 0.14 mg、半乳糖醇 0.29 mg、甜菜碱 1.72 mg、无水葡萄糖 1.50 mg, 按各供试品溶液制备项下制备供试品溶液, 注入液相色谱仪及紫外可见分光光度计中, 测定各自回收率为 98.59%、98.85%、102.19%、100.78%、99.10%, RSD 为 1.10%、1.16%、1.29%、0.46%、2.02%。结果表明方法可行。

2.7 样品测定

取不同来源的肉苁蓉样品, 每批取 3 份样品, 按各供试品溶液制备项下制备供试品溶液, 再按各成分色谱条件项下进行指标成分的测定, 重复测定 3 次, 取其算术平均值。结果见表 2。

《中国药典》2015 年版规定肉苁蓉中指标成分松果菊苷及毛蕊花糖苷二者总量不得小于 3.0 mg/g。由表 2 可知, 春季、秋季采收样品二者总量均达到药典

表 1 肉苁蓉中 5 个指标成分的回归方程及线性范围

Table 1 Regression equations, correlation coefficients, and liner ranges of five index components in *C. deserticola*

指标成分	线性回归方程	R^2	线性范围/(mg·mL ⁻¹)
松果菊苷	$Y=1 \times 10^7 X - 6\,576.5$	0.999 7	0.011 0~0.132 0
毛蕊花糖苷	$Y=1 \times 10^7 X + 118.93$	0.999 5	0.001 2~0.012 0
半乳糖醇	$Y=9 \times 10^6 X - 137\,897$	0.999 4	0.015 6~0.058 3
甜菜碱	$Y=3 \times 10^7 X - 502\,899$	0.999 0	0.036 0~0.100 0
可溶性多糖	$Y=11.559 X + 0.016 1$	0.999 2	0.012 4~0.074 4

表 2 主要有效成分测定结果 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Table 2 Contents of four effective components of samples ($\bar{x} \pm s, n=3$)

样品	松果菊苷/(mg·g ⁻¹)	毛蕊花糖苷/(mg·g ⁻¹)	半乳糖醇/(mg·g ⁻¹)	甜菜碱/(mg·g ⁻¹)	可溶性多糖/(mg·g ⁻¹)	浸出物/%
1 号 (春)	4.42 ± 0.02	9.43 ± 0.11	151.15 ± 0.95	69.79 ± 0.37	90.37 ± 4.06	63.18 ± 0.22
2 号 (春)	2.59 ± 0.11	10.53 ± 0.50	143.38 ± 0.81	67.59 ± 0.17	102.71 ± 3.93	61.37 ± 0.49
3 号 (春)	2.76 ± 0.01	6.89 ± 0.18	130.94 ± 0.42	66.65 ± 0.20	120.64 ± 2.34	59.77 ± 0.24
春季均值	3.26 ± 0.83	8.95 ± 1.52*	141.82 ± 8.32*	68.01 ± 1.32*	104.57 ± 12.43*	61.44 ± 1.39*
1 号 (秋)	2.89 ± 0.07	0.30 ± 0.01	198.72 ± 0.48	35.95 ± 0.26	133.43 ± 2.38	73.66 ± 0.61
2 号 (秋)	2.96 ± 0.09	0.37 ± 0.00	192.43 ± 5.48	37.51 ± 0.18	146.40 ± 1.79	72.37 ± 0.67
3 号 (秋)	3.64 ± 0.01	0.27 ± 0.01	195.16 ± 4.64	37.67 ± 0.22	131.74 ± 1.77	75.51 ± 0.07
秋季均值	3.16 ± 0.34	0.31 ± 0.04	195.44 ± 2.58	37.04 ± 0.78	137.19 ± 6.55	73.85 ± 1.29

与秋季比较: * $P < 0.05$

* $P < 0.05$ vs autumn

规定水平,且春季量较高,达 12.21 mg/g,是秋季样品的 3 倍多,为《中国药典》2015 年版规定量的 4 倍。基于松果菊苷,春季、秋季样品中的累积量相当,无显著性差异,表明春、秋季的药材中松果菊苷量波动不大,相当平稳。基于毛蕊花糖苷,春季样品显著高于秋季样品,约是秋季的 30 倍,表明毛蕊花糖苷累积量波动极大。根据相关文献报道,松果菊苷和毛蕊花糖苷含有量不仅在肉苁蓉属中不同种之间有明显差异,在同种的不同个体^[7]和不同部位^[8]的量差异也极其明显;基于甜菜碱,春季样品量显著高于秋季。由此可见,毛蕊花糖苷、甜菜碱这 2 种功效成分,春季出产药材成分量远远高于秋季。基于半乳糖醇,秋季样品量显著高于春季样品,丰富的半乳糖醇是本药材具有较强的润肠通便作用的物质基础^[9]。基于可溶性多糖,春、秋季样品多糖量均处于较高量水平,尤其是秋季采集药材高达 13.7%,同时,也为肉苁蓉具有较强提高人体免疫力和抗氧化^[10-12]等作用提供了有力依据。基于浸出物,秋季样品量明显高于春季采收。

3 讨论

本研究是基于肉苁蓉补肾阳、提高免疫力、润肠通便及现代研究成果保肝等 5 大主要药效的功能物质,对道地产区出产的肉苁蓉中松果菊苷、毛蕊花糖苷、半乳糖醇、甜菜碱、可溶性多糖及浸出物进行定量考察,较全面地反映了道地产区栽培品肉苁蓉的内在质量。

3.1 肉苁蓉道地性内在品质特征及其对应的物质基础,并根据其品质特征,建议增加多糖作为评价其质量特征的指标成分

肉苁蓉是一味运用 2 000 多年历史的道地药材,具有丰富的道地文化内涵。经典本草记载“以条粗壮,质柔润者为佳”的内在品质特征^[13],而质硬,柴性者次。笔者曾在道地产区阿拉善盟肉苁蓉药材市场发现,当地认为质优价贵者称为“油苁蓉”。据文献报道^[14],内蒙古,新疆南部、北部 3 地所产的肉苁蓉,总糖及多糖的量以内蒙古所产最高,且认为内蒙古所产者最优。本研究结果表明,肉苁蓉含有丰富的可溶性多糖和半乳糖醇,尤其秋季采收样品的量更高,分别达 13.7%、19.5%,两者均为肉苁蓉的主要功效成分,丰富的肉苁蓉多糖和半乳糖醇是本品发挥临床疗效的物质基础,而二者的存在,与外观上呈现“油亮、体重、肥厚、质柔润、味甘”性状特征相吻合,这也进一步揭示了肉苁蓉药效成

分与药材品质形成的内在联系。《中国药典》2015 年版对药材质量进行严格规定和控制,有效保证临床用药的安全、有效。同时,针对具体中药材往往规定指标成分的限量,来控制其内在质量,但要求指标成分安全、有效、稳定、可靠。根据考察结果发现,春、秋季样品中肉苁蓉多糖量分别为 10.46%、13.72%,在 2 个采收期之间相差仅仅约 0.3 倍,也就是说不同批次间多糖具有量高、波动小、个体间稳定性强、易控制的特点,并且半乳糖醇与其累积量有极强的相关性,因此建议将多糖作为肉苁蓉的指标成分之一,不但控制了调节免疫功能活性成分多糖的量,间接也反映润肠通便成分半乳糖醇的量,且能较全面地体现肉苁蓉的整体质量水平。

3.2 药典中收载的 2 种肉苁蓉差异较大,需建立更加客观的质控标准

《中国药典》2015 年版收载肉苁蓉和管花肉苁蓉两种药材,由于二者基原不同,在性状特征、成分量及主治作用方面存在差异性。因此,如何建立客观的质控标准比较困难。首先,基原不同,两者在性状特征上也不同。管花肉苁蓉药材质地坚硬,不易折断,断面呈颗粒状;而肉苁蓉质地特征与此恰恰相反,呈现体重、肥厚、质柔韧、易弯曲的性状特点。其次,两者在成分量上也存在差异。《中国药典》2015 年版规定管花肉苁蓉和肉苁蓉中指标成分松果菊苷及毛蕊花糖苷二者总量分别是不得小于 1.5%和 0.3%,两者限量相差 5 倍。根据本研究结果和相关研究资料表明,肉苁蓉中的松果菊苷及毛蕊花糖苷二者量较低且不稳定,春、秋两季样品成分量相差约 3 倍,秋季样品量更低,总量为 0.35%,仅达到《中国药典》2015 年版规定水平,与秋季采收药材品质佳的理论及庞金虎等^[15]研究的结果相悖,分析原因,由于秋季的产品多糖、半乳糖醇量大于春季,在干燥时间过长致使有效成分苯乙醇总苷类物质被体内相应的酶水解^[16],有效成分大大降低^[17],此外,笔者考察了 2 批质硬、体轻、色淡、柴性强(抽花序)的同一产地品相劣的春季采收药材,指标成分总量均值为 1.06%,却远远高于秋季样品。彭芳等^[18]考察了外观性状差异不显著的 10 株肉苁蓉,松果菊苷含有量在 0.18%~1.58%,相差近 8 倍,同时还发现不同批次指纹图谱中的相似度相对较低^[19]。由此可见,肉苁蓉中松果菊苷及毛蕊花糖苷二者总量,在不同季节、不同批次、个体样品间量波动较大、不稳定,甚至某些样品中毛蕊花

糖苷量低时仅千分之几^[20],无法体现有效成分的量效规律及其内在品质。若以两者总量作为指标成分,无法准确反映本品的客观品质。因此,建议改为考察苯乙醇总苷的量较为合理。同时,本品含有丰富的甜菜碱,春季样品量高达 6.7%,而在考察中发现管花肉苁蓉不含此成分。管花肉苁蓉含有较高的苯乙醇苷类成分,具有较强的补肾阳和神经保护作用。而肉苁蓉含有丰富多糖和半乳糖醇,具有较强的抗衰老和润肠通便之功效。由上述可知,两者在基原、性状特征、成分量及主治作用方面存在差异性,需制定更加客观统一的质控标准。

3.3 药典中对肉苁蓉含水量的规定,缺乏合理性,限制了其在市场上流通使用

肉苁蓉习称“软苁蓉”,具有“肉厚而力紧”“质柔润者为佳”品质特征。本品长年生长在地下,为较典型肉质类药材。表 2 显示,秋季样品含极丰富的多糖和半乳糖醇,分别达 13.7%、19.5%。由于植物多糖的羟基和其他极性基团存在,具有较强的亲水性,这使药材在外观上呈现“软、质柔润”性状特征。笔者初步统计了药典上收载常见的 10 个肉质类药材规定的含水量限量,玉竹为 16%,黄精为 18%,天麻为 15%,地黄为 16%,玄参为 16%,天冬为 16%,麦冬为 18%,龙眼肉为 15%,党参为 16%,当归为 15%,在正常储存条件下,本品具有更强的吸湿性。因此,同为肉质类药材,仅把肉苁蓉含水限量规定为 10%,显然不合理。建议本品含水限量为 16%,比较客观、合理。此外,分析了 2014 年、2015 年采收的样品以及在市场上收集的药材,含水量均高于 10%,为不合格药材。因此,由于含水限量规定过于低,明显限制了道地药材肉苁蓉在市场上流通和临床上推广使用。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [2] 蔡少青,李胜华.常用中药材品种整理质量研究(第四册)[M].北京:北京医科大学出版社,2001.
- [3] 陈飞,陈卓,邢雪飞,等.肉苁蓉的研究进展[J].药物评价研究,2013,36(6):469-475.
- [4] 敖艳青.肉苁蓉的研究进展[J].中国民族医药杂志,2013,3(3):34-36.
- [5] 赵微,潘英妮.肉苁蓉苯乙醇苷类成分药理作用研究进展[J].亚太传统医药,2013,9(5):77-79.
- [6] 吴波,黄敏,马迎军.肉苁蓉水溶性多糖的分离纯化及分析[J].广州医学院学报,2006,34(1):58-59.
- [7] 赵晶晶,李薇,张丽娟,等.采籽前后荒漠肉苁蓉不同部位中有效成分含量测定[J].辽宁中医药大学学报,2012,14(8):89-91.
- [8] 郭雄飞,吴亚东,倪慧,等.管花肉苁蓉不同部位有效成分含量的考察比较[J].新疆医科大学学报,2012,35(1):48-50.
- [9] 高云佳,姜勇,戴昉,等.肉苁蓉润肠通便的药效物质研究[J].中国现代中药,2015,4(12):307-310.
- [10] 高晓霞,陈君,彭艳丽.肉苁蓉多糖药理作用研究概况[J].食品与药品,2015,17(2):136-139.
- [11] 张洪泉,李媛,宋媛媛.肉苁蓉多糖对衰老小鼠免疫细胞和端粒酶活性的影响[J].中国药理学杂志,2011,46(14):1081-1083.
- [12] 马慧,尹若熙,郭敏,等.肉苁蓉多糖对 D-半乳糖致衰老模型小鼠 CREB 表达的影响[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(20):137-141.
- [13] 王强,徐国钧.道地药材图典[M].福州:福建科学技术出版社,2003.
- [14] 肖培根.新编中药志(第三卷)[M].北京:化学工业出版社,2001.
- [15] 庞金虎,盛晋华,张雄杰.生长年限和采收季节对肉苁蓉中有效成分的影响[J].中国民族医药杂志,2013,19(1):33-34.
- [16] 杨建华,胡君萍,热那·卡斯木,等.不同加工方法对肉苁蓉饮片苯乙醇苷类成分的影响[J].中药材,2010,33(5):691-693.
- [17] 宋志宏,雷丽,屠鹏飞.肉苁蓉属植物的药理活性研究进展[J].中草药,2003,34(9):113-115.
- [18] 彭芳,徐荣,高晓霞,等.蒸制处理改进肉苁蓉产地加工的质量[J].中成药,2016,38(5):1097-1101.
- [19] Jiang Y, Li S P, Wang Y T, et al. Differentiation of herba cistanches by fingerprint with high-performance liquid chromatography-diode array detection-mass spectrometry[J].J Chromatogr A, 2009, 1216(11): 2156-2162.
- [20] 钱浩,喻芳君,耿宗成,等.不同季节采收的肉苁蓉中 4 种苯乙醇苷的含量比较研究[J].药物分析杂志,2016,33(11):1971-1976.