

不同部位三七粉显微特征及质量标准

刘颖^{1,2}, 苏桂云², 芦海生³, 刘春生^{1*}

(1. 北京中医药大学 中药学院, 北京 100102; 2. 北京市双桥燕京中药饮片厂, 北京 100024;
3. 中国中医科学院 望京医院, 北京 100102)

[摘要] **目的:**建立三七主根、剪口、筋条不同部位加工成的三七粉质量标准。**方法:**采用感官、色度测定、显微、理化、含量测定检验方法。**结果:**不同药用部位加工成的三七粉在外观颜色、显微特征、灰分、含量测定几个方面有明显区别,感官和显微特征不能区分三七的商品规格。颜色可以区分三七主根、剪口和筋条制成的三七粉,主根加工成的三七粉颜色最浅,呈黄白色,剪口与筋条加工成的三七粉颜色略深,呈现棕黄色和浅棕色,使用色差仪并结果经过 SPSS 分析结果与观察一致,剪口的颜色最深,筋条次之,主根颜色最浅;显微特征能够区分剪口和主根、筋条加工成的三七粉,剪口加工成的三七粉中可见纤维,主根与筋条加工成的三七粉中均未检出有纤维,剪口可见簇晶,主根中簇晶未检出;主根灰分全部合格,剪口和筋条有部分不合格,酸不溶性灰分全部合格。测定三七不同部位人参皂苷 R_{g1}, 人参皂苷 R_{b1} 及三七皂苷 R₁ 的含量,主根和筋条与剪口成分有明显差异。**结论:**颜色差异、显微特征区别、灰分数据、人参皂苷 R_{g1}, 人参皂苷 R_{b1} 及三七皂苷 R₁ 的含量为三七粉提供质量依据。

[关键词] 三七粉; 不同部位; 颜色特征; 显微特征; 灰分

[中图分类号] R285.5 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)23-0034-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2017230034

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170912.1451.066.html>

[网络出版时间] 2017-09-12 14:51

Microscopic Characters and Quality Standards of *Panax notoginseng* Powder from Different Medicinal Parts

LIU Ying^{1,2}, SU Gui-yun², LU Hai-sheng³, LIU Chun-sheng^{1*}

(1. Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China;

2. Beijingshi Yanjing Sliced Medical Herbs Factory, Beijing 100024, China;

3. Wangjing Hospital, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100102, China)

[Abstract] **Objective:** To provide quality basis for the *Panax notoginseng* powder processed from different parts. **Method:** Sensory, colorimetric method, microscopic, physical and chemical, and content determination methods were used in this study. **Result:** The *P. notoginseng* powder processed from different medicinal parts showed significant difference in appearance color, microscopic characteristics, ash content and content determination, sensory and microscopic characteristics can't be used to distinguish the *P. notoginseng* commodity specifications. Color can be used to distinguish the powder made of main root, notch and tendons, as the powder made of the main root showed the most shallow color, which was yellow and white, while the powder made of notch and tendons showed slightly deeper color, which was brownish yellow and light brown. The results were consistent with colorimeter observations based on SPSS analysis, which showed that cut the color was deepest in notch, followed by tendons, and the main root had the most shallow color. Microscopic features can be used to distinguish the powder made of notch and the main root, the tendons. The powder made of notch showed fibers,

[收稿日期] 20170504(012)

[基金项目] 中药饮片质量保障体系研究(一)项目(201507002-4-2)

[第一作者] 刘颖,在读硕士,执业中药师,从事中药鉴定、炮制生产工艺的研究工作, Tel:010-65730693, E-mail:417848575@qq.com

[通讯作者] *刘春生,博士,教授,博士生导师, Tel:010-84738624, Fax:010-84738611, E-mail:max_liucs@.net

which were not detected in the main root and the tendons; clustered crystal was not detected in main root, but appeared in the notch; the ash content was all qualified in main root, but some were not qualified in notch and tendons; acid insoluble ash content was all qualified. The contents of ginsenoside R_{g_1} , ginsenoside R_{b_1} and notoginsenoside R_1 in different parts of *P. notoginseng* were significantly different. **Conclusion:** The color difference, microscopic characters, ash content, and ginsenoside R_{g_1} , ginsenoside R_{b_1} and notoginsenoside R_1 contents can provide quality basis for *Panax notoginseng* powder.

[Key words] *Panax notoginseng* powder; different parts of color feature; microscopic characters; ash content

三七为五加科植物三七的干燥根和根茎^[1],味甘、微苦,温,归肝、胃经。有散瘀止血,消肿定痛之效,用于咳血,吐血,衄血,便血,崩漏,外伤出血,胸腹刺痛,跌扑肿痛等症;现代药理实验证明,三七具有扩张冠状动脉、增加冠状动脉血流量、降低心肌耗氧量、改善心肌功能等功效,是预防心绞痛和冠心病的常用药^[2],三七还属于卫计委公布的可用于保健食品的原料。传统临床应用三七的主要形式是三七粉。三七按照药用部位分类,三七药材分为主根、筋条(三七的支根)和剪口(三七的根茎);根据商品规格又分为 20,30,40,60,80,120,160 头,无数头规格^[3]。在 1977 年版《中国药典》中写到秋季花开前采挖、洗净,除去支根、须根及茎基(剪口)后使用。因此剪口、筋条的法定药用历史还是很短的。随着对三七各部分的研究深入,发现剪口和筋条也可以药用,但笔者认为还是应该区别使用,近年来由于三七主根价格上涨,而剪口和筋条价格相对便宜,因此市场上也就利用剪口和筋条加工成三七粉,虽然三七的剪口、筋条也含有三七皂苷类成分,但是其皂苷成分种类和含量均不同,质量有所差异^[4]。已有文献指出三七的根和剪口分离得到的单体皂苷成分不同^[5]。不同部位的三七中所含三七多糖含量也有所不同,有实验数据显示主根中三七多糖高于剪口和筋条^[6]。三七多糖是一类具有调节免疫、促进骨缺损修复、抗微波辐射、抗癌等作用的一类成分^[7]。因此研究不同部位三七粉质量对于生产和临床具有指导意义。前人对三七的研究相对较多,对已经炮制后的三七粉研究相对较少,此次通过对不同药用部位加工出来的三七粉进行人工性状颜色观察和色差仪测定使得主观和客观数据相结合,再结合显微、总灰分、酸不溶性灰分、含量测定实验,综合研究三七粉的质量特性,为能鉴别和评价三七粉提供数据支持。《中国药典》仅对三七粉的性状进行描述,其他项目均同药材,并没有明确三七粉的原料来源,通过研究,不同部位的三七粉在颜色、显微特征和质量

方面存在差异,应区别对待,不能由单一的指标来决定药材的好与坏,而是要用综合指标来判定。近些年来三七的用量非常大,多数用作保健品,因此笔者建议不同部位加工出来的三七粉应标注药用部位区别,保证中药饮片生产的规范性和饮片的质量。

1 材料

实验中供试品分别采购自云南文山三七药材集散地和北京市双桥燕京中药饮片厂,信息详见表 1。经北京中医药大学中药学院刘颖中药师鉴定为五加科植物三七 *Panax notoginseng* 的干燥根和根茎。

CX41 型数码显微镜(Digital-Camera6.0 系统,日本奥林巴斯株式会社),SX2 系列箱式电阻炉(上海阳光实验仪器有限公司),LC-2010A 型高效液相色谱仪(日本岛津株式会社),Ultimate GS-C₁₈ 色谱柱(GD)(4.6 mm×250 mm,5 μm),U-3010 型色度仪(日本日立公司)。

水合氯醛(天津市光复精细化工研究所,批号 20161103),甘油(北京化学试剂公司,批号 000918),实验用水合氯醛试液按照《中国药典》2015 年版四部中要求配制;人参皂苷 R_{g_1} ,人参皂苷 R_{b_1} ,三七皂苷 R_1 (中国食品药品检定研究院,批号分别为 110103-201530,110704-201434,110745-201318)。

2 方法

2.1 感官和显微质量标准评定方法 三七粉颜色由 3 位以上的中药饮片质量控制人员采取背靠背方式进行观察,分别记录颜色,每份样品重复 3 次。粉末显微研究时首先按照《中国药典》2015 年版取样、分样方法,将样品进行分样后粉碎,粉末全部通过五号筛,并含能通过六号筛不少于 95% 的粉末达到细粉要求,再取少量粉末采取水合氯醛透化法制片后进行观察^[8]。每个批号最少观察 3 张制片。

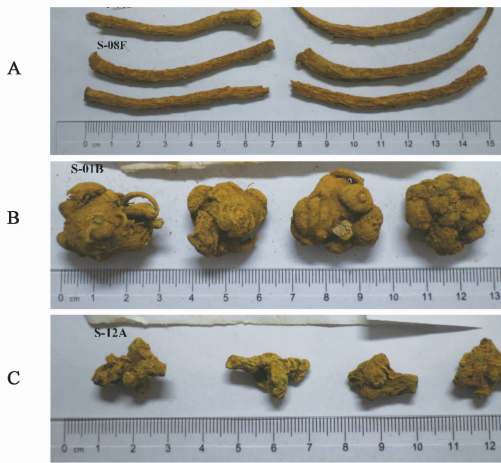
2.2 颜色测量

2.2.1 供试品准备 取适量粉末装入石英测色皿

表 1 三七样品来源信息

Table 1 Information of *Panax notoginseng* samples

编号	规格	生长年限/年	海拔/m	产地	样品来源
S-01B	80 头主根	3	2 500	云南昆明市寻甸县	云南文山三七市场
S-02L	80 头主根	3	2 200	云南红河州泸西县	云南文山三七市场
S-03D	120 头主根	3	2 300	云南红河州建水县	云南文山三七市场
S-04G	120 头主根	3	2 000	云南文山市丘北县境内	云南文山三七市场
S-05C	140 头主根	3	1 700	云南昆明市石林县	云南文山三七市场
S-06I	140 头主根	3	1 900	云南曲靖市师宗市内	云南文山三七市场
S-07M	无数头主根	2	不详	云南省境内(具体不详)	云南文山三七市场
S-08F	筋条	3	2 000	云南文山市丘北县	云南文山三七市场
S-09J	筋条	2	不详	云南省境内(具体不详)	云南文山三七市场
S-10N	剪口	2	不详	云南省境内(具体不详)	云南文山三七市场
S-11H	剪口	3	1 700	云南昆明市石林县	云南文山三七市场
S-12A	剪口	3	1 900	云南曲靖市师宗市内	云南文山三七市场
S-13K	剪口	3	2 500	云南昆明市寻甸县	云南文山三七市场
S-14E	剪口	3	2 000	云南文山市丘北县	云南文山三七市场
S-15O	60 头主根	4	-	云南	双桥燕京中药饮片厂
S-16P	60 头主根	4	-	云南	双桥燕京中药饮片厂
S-17Q	60 头主根	4	-	云南	双桥燕京中药饮片厂



A. S-08F 筋条; B. S-01B80 头主根; C. S-12A 剪口

图 1 三七原药材不同部位鉴定

Fig. 1 Different parts of samples of *Panax notoginseng*

中(测色皿以装满没有缝隙为准),盖上石英玻璃片,并用自封膜封口,备用。

2.2.2 色度测量条件 起止波长 780 ~ 380 nm,扫描速度 600 nm·min⁻¹,狭缝宽度 1 nm,视场选择 10 度视角,照明光源 D65^[9]。

2.2.3 色度测量方法 将标准白板分别放入色度测量仪中积分球的参比和样品处,按照上述色度测量条件进行基线校正,校正基线以后取出样品处的标准白板,将备用的供试品放入积分球的样品处进

行测量。

2.2.4 精密考察 取三七粉样品(编号 S-08F),按照测量方法连续测量 6 次。测量结果 L^* , a^* , b^* 的 RSD 分别为 0.2%, 0.8%, 0.2%。表明仪器精密程度良好。

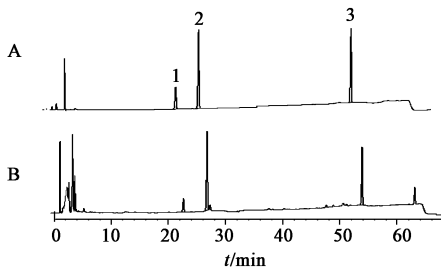
2.2.5 重复性考察 取三七粉样品(编号 S-16P)6 份,按照测量方法,每份样品测量 1 次,结果 L^* , a^* , b^* 的 RSD 分别为 0.2%, 2.5%, 0.8%。表明仪器重复性良好。

2.3 总灰分、酸不溶性灰分检查方法 每个样品平行试验 2 份,平均偏差不得超过 5%。取上述粉末样品 3 ~ 5 g,置坩锅中炽灼至恒重,称定质量(准确至 0.01 g),缓缓炽热,注意避免燃烧,至完全炭化时,逐渐升高温度至 500 ~ 600 °C,使完全灰化并至恒重。根据残渣质量,计算供试品中总灰分的含量。如供试品不易灰化,可将坩锅放冷,加热水或 10% 硝酸铵溶液 2 mL,使残渣湿润,然后置水浴上蒸干,残渣照前法炽灼,至坩锅内容物完全灰化;酸不溶性灰分测定法取上项所得的灰分,在坩锅中小心加入稀盐酸约 10 mL,用表面皿覆盖坩锅,置水浴上加热 10 min,表面皿用热水 5 mL 冲洗,洗液并入坩锅中,用无灰滤纸滤过,坩锅内的残渣用水洗于滤纸上,并洗涤至洗液不显氯化物反应为止。滤渣连同滤纸移置同一坩锅中,干燥,炽灼至恒重。根据残渣质量,

计算供试品中酸不溶性灰分的含量。

2.4 3种皂苷成分 HPLC 含量测定方法^[1]

2.4.1 色谱条件 使用 Ultimate GS C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈 (A)-水 (B), 梯度洗脱 (0 ~ 12 min, 19% A; 12 ~ 60 min, 19% ~ 36% A), 检测波长 203 nm, 理论板数按三七皂苷 R₁ 峰计算应不低于 4 000, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 40 °C, 进样量 5 μL。见图 2。



A. 对照品; B. 三七粉样品; 1. 三七皂苷 R₁; 2. 人参皂苷 R_{g1}; 3. 人参皂苷 R_{b1}

图2 三七样品 HPLC

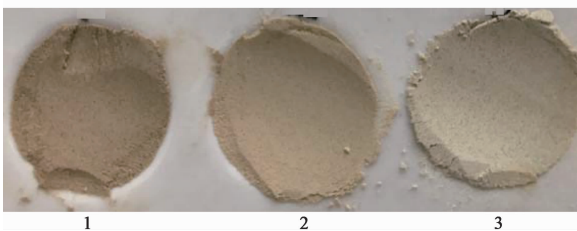
Fig. 2 HPLC of *Panax notoginseng*

2.4.2 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 R_{b1} 及三七皂苷 R₁ 适量, 加甲醇制成每 1 mL 含人参皂苷 R_{g1} 0.4 mg, 人参皂苷 R_{b1} 0.4 mg, 三七皂苷 R₁ 0.1 mg 的混合溶液, 即得。

2.4.3 供试品溶液的制备 取样品粉末 0.6 g, 精密称定, 精密加入甲醇 50 mL, 称定质量, 放置过夜, 置 80 °C 水浴上保持微沸 2 h, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

3 结果

3.1 性状特征 三七粉 (主根加工) 为黄白色的粉末, 气微味苦回甜。三七粉 (剪口加工) 为浅棕色的粉末, 气微味苦回甜。三七粉 (筋条加工) 为棕黄色的粉末, 气微味苦回甜。见图 3。



1. S-13K 剪口; 2. S-09J 筋条; 3. S-16P60 头三七

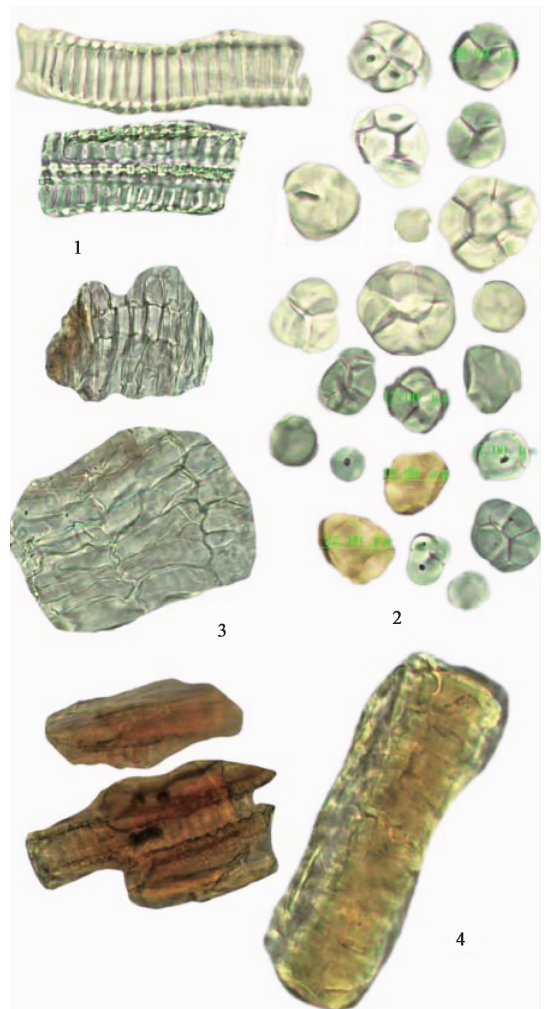
图3 不同规格三七粉鉴别

Fig. 3 Powder of different specifications of *Panax notoginseng*

3.2 显微特征

3.2.1 三七粉 (主根加工) 显微特征 共检查 10

批样品, 60 头 3 批, 80 头 2 批, 120 头 2 批, 140 头 2 批, 无数头 1 批。显微特征如下: 淀粉粒甚多, 单粒圆形、半圆形或圆多角形, 直径 4 ~ 30 μm; 复粒由 2 ~ 10 余分粒组成。树脂道碎片含黄色分泌物。梯纹导管、网纹导管及螺纹导管直径 15 ~ 55 μm。可见木栓细胞长方形径向排列。草酸钙簇晶未检出。纤维未检出。不同等级规格三七粉粉末显微没有明显区别。见图 4。



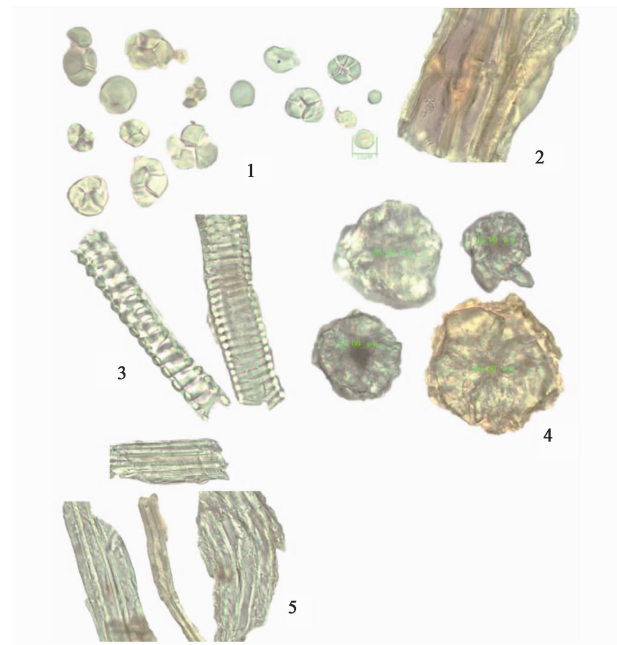
1. 导管; 2. 淀粉粒; 3. 木栓细胞; 4. 树脂道

图4 三七主根粉末显微鉴别

Fig. 4 Main root powder micrographs of *Panax notoginseng*

3.2.2 三七粉 (剪口加工) 显微特征 共检查 5 批样品。显微特征如下: 淀粉粒单粒圆形、半圆形或圆多角形, 直径 4 ~ 30 μm; 复粒由 2 ~ 10 余分粒组成。树脂道碎片含黄色分泌物。梯纹导管、网纹导管及螺纹导管直径 15 ~ 55 μm。木栓细胞长方形径向排列。可见草酸钙簇晶, 直径 30 ~ 60 μm, 可见纤维和纤维束碎片。见图 5。

3.3 三七粉 (筋条加工) 显微特征 可见淀粉粒,



1. 淀粉粒;2. 树脂道碎片;3. 导管;4. 簇晶;5. 纤维及纤维束
图 5 三七剪口粉末显微鉴别

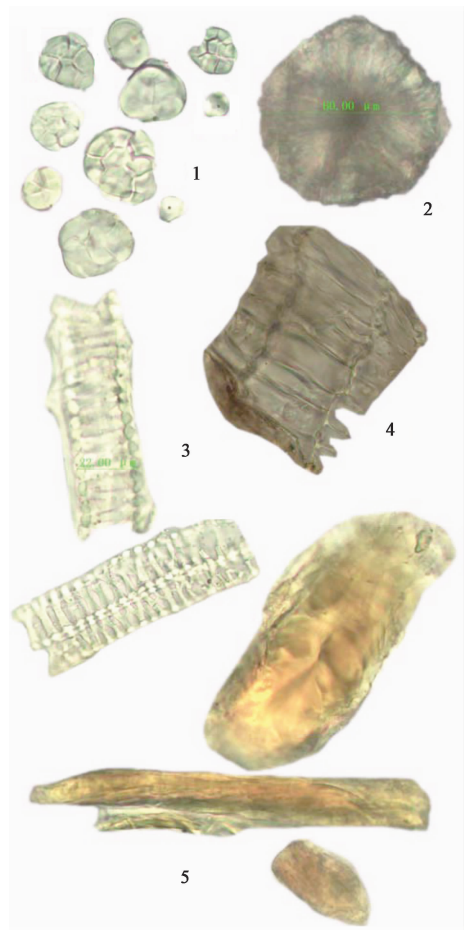
Fig. 5 Cut powder micrographs of *Panax notoginseng*

单粒圆形、半圆形或圆多角形,直径 4 ~ 30 μm ;复粒由 2 ~ 10 余分粒组成。树脂道碎片含黄色分泌物。梯纹导管、网纹导管及螺纹导管直径 15 ~ 55 μm 。木栓细胞长方形径向排列。草酸钙簇晶罕见,直径 60 μm 。纤维未检出。见图 6。

3.4 三七粉样品颜色测定 按照上述方法对三七粉样品进行颜色测量,每个样品重复 3 次,记录平均值,颜色测量值 L^* , a^* , b^* , E^*ab 结果见表 2,运用 SPSS 软件,以颜色值 L^* , a^* , b^* , E^*ab 为变量,对三七粉进行聚类分析,结果将三七粉主要分成两组,一组为剪口组 E^*ab 在 35.579 0 ~ 34.422 3,另一组为主根和筋条组 E^*ab 在 32.256 2 ~ 28.010 6,其中 S-F08(筋条)三七粉样品 E^*ab 为 34.422 3 颜色较深被分到了剪口组,S-11H(剪口) E^*ab 为 32.256 2 颜色较浅被分到了另一组。见图 7。

3.5 总灰分、酸不溶性灰分测定 依据《中国药典》2015 年版四部中规定,三七总灰分不得过 6.0%,酸不溶性灰分不得过 3.0%。总灰分共检验 17 批,主根全部合格,筋条 1 批(S-08F)不合格,剪口 3 批(S-11H, S-12A, S-13K)不合格;酸不溶性灰分检验 17 批,全部合格。见表 3。

3.6 含量测定 依据《中国药典》2015 年版一部中规定,本品按干燥品计算,含人参皂苷 Rg_1 , 人参皂苷 Rb_1 及三七皂苷 R_1 的总量不得少于 5.0%。其中检测主根 10 批,平均总含量 6.65%,筋条 2 批



1. 淀粉粒;2. 簇晶;3. 导管;4. 木栓细胞;5. 树脂道
图 6 三七筋条粉末显微特征

Fig. 6 Ribs powder micrographs of *Panax notoginseng*

表 2 三七粉样品色彩测定

Table 2 Color determination of *Panax notoginseng* powder

样品编号	L^*	a^*	b^*	E^*ab
S-01B	73.163 9	1.798 4	17.900 9	30.769 8
S-02L	74.037 9	2.136 5	18.114 8	30.026 0
S-03D	75.352 5	0.618 9	17.126 6	28.857 9
S-04G	72.936 0	1.458 6	18.338 0	31.237 0
S-05C	74.390 5	0.339 0	17.171 2	29.776 5
S-06I	74.956 6	1.253 2	17.117 2	29.011 8
S-07M	72.058 9	3.026 0	18.122 0	31.576 6
S-08F	70.053 7	5.548 6	21.289 9	34.422 3
S-09J	72.303 7	3.367 8	18.769 8	31.581 2
S-10N	68.306 0	3.858 4	17.698 5	34.647 8
S-11H	71.253 2	1.331 7	17.148 1	32.256 2
S-12A	67.794 4	4.311 9	19.042 7	35.579 0
S-13K	68.311 0	4.796 6	20.279 7	35.572 8
S-14E	67.634 6	3.170 3	17.742 8	35.385 4
S-15O	75.602 4	0.761 4	15.713 8	28.010 6
S-16P	73.697 6	1.111 1	15.443 3	29.490 3

5.4%,剪口 10.8%。其中一批筋条不符合法定标准规定,其余均合格。见表 4。

4 讨论

不同药用部位的三七粉从粉末颜色、显微特征、

