

## 甘草饮片等级标准

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

**[摘要]** **目的:** 在传统经验鉴别的基础上,通过数理统计学分析方法,结合甘草饮片的外观性状与内在指标成分对其质量进行综合考察,为甘草饮片的品质评价和质量控制提供参考。**方法:** 通过对44批甘草饮片的直径、质量、甘草苷含量、甘草酸铵含量等内容进行考察,结合市场饮片分级情况,依据分析结果合理构建甘草饮片的等级划分方法,制定甘草饮片的等级标准。**结果:** 通过以上数据,主要将甘草饮片划分为4个等级。一等:平均直径>1.66 mm,平均质量>0.54 g,甘草苷质量分数>1.10%,甘草酸质量分数>2.12%。二等:平均直径在1.40~1.66 mm,平均质量在0.42~0.54 g,甘草苷质量分数在0.74%~1.10%,甘草酸质量分数在1.95%~2.12%。三等:平均直径在1.07~1.40 mm,平均质量在0.29~0.42 g,甘草苷质量分数在0.65%~0.74%,甘草酸质量分数在1.88%~1.95%。等外:平均直径<1.07 mm,平均质量<0.29 g,甘草苷质量分数<0.65%,甘草酸质量分数<1.88%。**结论:** 该实验主要将传统经验鉴别和现代分析方法相结合,制定出甘草饮片的等级划分方法,该方法具有科学性、全面性、实用性等特点,适用于甘草饮片的等级评价。

**[关键词]** 甘草饮片; 直径; 质量; 甘草苷; 甘草酸铵

**[中图分类号]** R284.1;R289;R22;R2-03 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2019)22-0154-05

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.20191512

**[网络出版地址]** <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20190418.1415.019.html>

**[网络出版时间]** 2019-04-19 14:45

### Grade Standard of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma Pieces

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

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

**[Abstract]** **Objective:** On the basis of traditional experience identification, and appearance characteristics and intrinsic index components of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces, a comprehensive evaluation was carried out to explore the method of grading Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces and establish grading standards. **Method:** Based on the investigation of 44 batches of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces, including their properties, glycyrrhizin content and ammonium glycyrrhizinate content, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces were classified according to the market grading to establish the grading standards. **Result:** Based on the above data, the Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces were classified into four grades. First-class: average diameter > 1.66 mm, average weight > 0.54 g, glycyrrhizin content > 1.10%, glycyrrhizic acid content > 2.12%. Second-class: the average diameter is between 1.40-1.66 mm, the average weight is between 0.42-0.54 g, the content of glycyrrhizin is between 0.74%-1.10%, and the content of glycyrrhizic acid is between 1.95%-2.12%. Third-class: the average diameter is between 1.07-1.40 mm, the average weight is between 0.29-0.42 g, the content of glycyrrhizin is between 0.65%-0.74%, and the content of glycyrrhizic acid is between 1.88%-1.95%. Substandard: the average diameter < 1.07 mm, average weight < 0.29 g, content of glycyrrhizin < 0.65%, content of glycyrrhizic acid < 1.88%. **Conclusion:** This experiment combines the traditional experience and modern analysis method, in order to

**[收稿日期]** 20180927(004)

**[基金项目]** 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-JL-25)

**[第一作者]** 贡济宇,教授,从事中药分析研究,E-mail:gongjiyu@126.com

**[通信作者]** \*蔡广知,副教授,从事中药鉴定学研究,E-mail:80188429@qq.com

develop a scientific, reasonable and accurate classification method.

[Key words] Glycyrrhizae Radix et Rhizoma pieces; diameter; weight; glycyrrhizin; glycyrrhizic

甘草为豆科植物甘草、胀果甘草或光果甘草的干燥根及根茎<sup>[1]</sup>。性味甘、平,归心、肺、脾、胃经,具有补脾益气、清热解毒、祛痰止咳、缓急止痛、调和诸药等功效<sup>[2]</sup>。

饮片商品规格等级是药材品质的体现,由于建国以后“统货统价”的计划经济政策致使不同等级的饮片混装,导致饮片市场的流通混乱。近年来,中药饮片质量标准问题已经引起了人们广泛关注。2015 年版《中国药典》(简称药典)收录了 618 种中药材和中药饮片的质量标准,但是大部分饮片的标准在药典中描述极为简单,而且药典仅包含了对中药材及饮片真伪和含量的界定,没有对合格药材进行等级优劣的评价,无法满足全国 2 000 余种中药饮片的生产现状要求<sup>[3]</sup>。因此对不同质量的中药饮片进行等级划分,制定等级标准势在必行。

对于甘草而言,传统经验认为甘草饮片按照外形分类应以片大为优,但是这种评价方法仅依靠外观性状进行评价,并未对甘草饮片的含量指标进行测定,缺乏数据支持,并不能很好地对甘草饮片进行等级划分。

通过查阅文献发现,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<sup>[4]</sup>、相对质量常数法<sup>[5]</sup>、复合质量常数法<sup>[6]</sup>、数理统计法<sup>[7]</sup>等。为了能够更加综合、客观、科学地评价甘草饮片的质量,本文在传统分级方法的基础上,利用现代分析手段,通过探索甘草饮片性状与指标成分间的关联性,进行数理统计学分析<sup>[8]</sup>,构建甘草饮片等级评价标准,为甘草饮片的综合质量评价提供了科学依据,可以促进甘草饮片的合理配置,实现优质优价、规范市场监管。甘草饮片外观性状与内在指标数据是对其客观化评价的重要衡量标准,以保证分级标准科学、合理、可靠。

## 1 材料

LC-2030 型高效液相色谱仪(岛津科技有限公司);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)。

甘草苷、甘草酸铵对照品(中国食品药品检定研究院,纯度分别为  $\geq 93.1\%$ ,  $\geq 93.0\%$ ,批号分别为 111610-201607, 110731-201619);色谱甲醇、乙腈,超纯水,其他试剂均为分析纯。

本实验在市面上收集了 44 批不同质量的甘草饮片。经长春中医药大学蔡广知副教授鉴定,44 批均为豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* 的饮片。样品信息见表 1。

## 2 方法

### 2.1 甘草饮片含量测定

**2.1.1 色谱条件** 依利特  $C_{18}$  色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),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 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 20  $\mu\text{g}$ ,甘草酸铵 0.20 mg 的溶液(甘草酸质量 = 甘草酸铵质量/1.0207)。

**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  $\mu\text{m}$  滤膜滤过,即得。

**2.1.4 测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,测定,即得。

**2.2 甘草药材形态学参数选择及测定** 对甘草饮片的外观性状进行考察,考察指标有直径、质量。收集的 44 批甘草饮片多为类圆形片,为减少研究误差,每批样品随机选取 3 组,每组 100 个饮片作为测量单位,记录其直径、质量,并求出甘草饮片的平均直径  $R$ ,平均质量  $M$ 。

**2.3 外观性状与内在指标相关性分析** 利用 SPSS 23.0 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,筛选甘草饮片等级划分指标<sup>[9]</sup>。

**2.4 主成分分析** 将筛选得到的指标进行主成分分析。

**2.5 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<sup>[10]</sup>。

表 1 44 批甘草饮片的信息

Table 1 Information of 44 batch of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma pieces

编号	来源	批号	规格	编号	来源	批号	规格
GC-01	新疆阜康	20180520	大片	GC-23	甘肃陇西	20170305	统货
GC-02	新疆阜康	20171010	大片	GC-24	甘肃陇西	20170520	统货
GC-03	新疆阜康	20170815	小片	GC-25	宁夏原州	20171005	选货
GC-04	新疆阜康	20170615	选货	GC-26	宁夏原州	20161210	大片
GC-05	新疆阜康	20180520	选货	GC-27	宁夏原州	20171120	选货
GC-06	新疆阜康	20180620	选货	GC-28	内蒙古伊克昭盟杭锦旗	20161019	大片
GC-07	河北安国	20170716	小片	GC-29	内蒙古伊克昭盟杭锦旗	20170315	大片
GC-08	河北安国	20161210	统货	GC-30	内蒙古伊克昭盟杭锦旗	20170601	大片
GC-09	河北安国	20171020	大片	GC-31	内蒙古伊克昭盟杭锦旗	20180521	小片
GC-10	内蒙古	20180405	大片	GC-32	内蒙古伊克昭盟杭锦旗	20180413	小片
GC-11	内蒙古	20180520	小片	GC-33	吉林白城	20170820	选货
GC-12	内蒙古	20180721	统货	GC-34	吉林白城	20170825	统货
GC-13	内蒙古	20170913	选货	GC-35	吉林白城	20161105	选货
GC-14	内蒙古	20171102	选货	GC-36	吉林白城	20180405	选货
GC-15	内蒙古	20161120	小片	GC-37	吉林白城	20171102	统货
GC-16	内蒙古	20170415	统货	GC-38	吉林白城	20161210	小片
GC-17	甘肃陇西	20171201	大片	GC-39	吉林白城	20171113	选货
GC-18	甘肃陇西	20170510	大片	GC-40	吉林白城	20170923	大片
GC-19	甘肃陇西	20160509	选货	GC-41	安徽亳州	20170816	选货
GC-20	甘肃陇西	20171005	选货	GC-42	安徽亳州	20170915	小片
GC-21	甘肃陇西	20170515	选货	GC-43	安徽亳州	20171020	大片
GC-22	甘肃陇西	20170508	选货	GC-44	安徽亳州	20170623	小片

### 3 结果

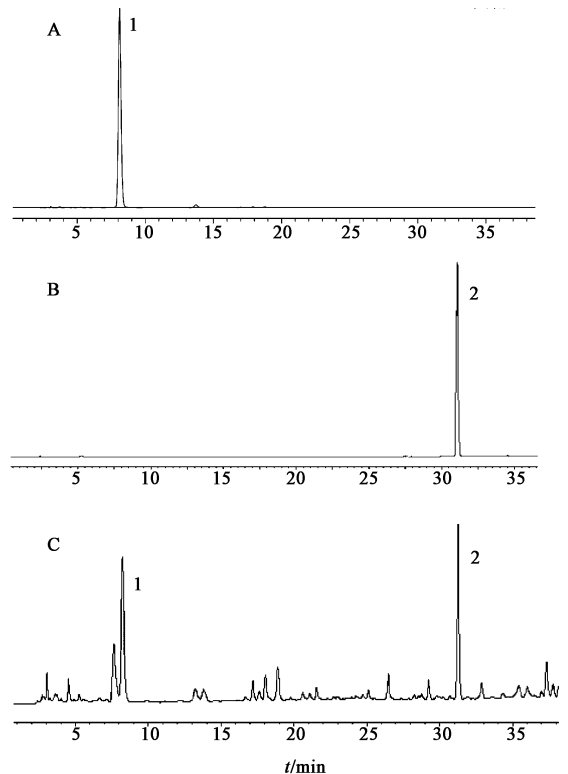
**3.1 甘草饮片成分含量测定** 通过对 44 批的甘草饮片成分进行含量测定,发现有 12 批甘草饮片的甘草苷、甘草酸含量未达到药典标准,分别为第 3, 8, 11, 12, 15, 16, 24, 31, 32, 38, 42, 44 批,不符合实验要求,故将其舍去。含量测定结果见图 1,表 2。

**3.2 甘草饮片形态学参数测定** 取合格批次的甘草饮片,测定其平均直径  $R$ ,平均质量  $M$ ,结果见表 3。

**3.3 相关性分析** 将甘草饮片的外观指标(平均直径  $R$ ,平均质量  $M$ )与内在含量指标(甘草苷、甘草酸)进行相关性分析,结果见表 4。

甘草饮片的平均直径与平均质量、甘草苷、甘草酸呈极显著正相关,说明甘草的片越大,甘草成分含量指标越高;甘草饮片平均质量与平均直径、甘草苷、甘草酸呈极显著正相关,说明质量越大的饮片,直径越大,甘草苷和甘草酸的含量越高。可通过甘草饮片的平均直径、平均质量、甘草苷含量、甘草酸含量等指标来考察甘草饮片质量情况。

**3.4 主成分分析** 将平均直径、平均质量、甘草苷含量、甘草酸含量等 4 个指标,加权并分类,进行主成分分析。结果发现主成分的特征根 3.254,



1. 甘草苷; 2. 甘草酸铵

图 1 甘草苷(A),甘草酸铵(B)和甘草样品(C)HPLC

Fig.1 HPLC map of glycyrrhizin (A), ammonium glycyrrhizinate (B), Glycyrrhiza Radix et Rhizoma sample (C)

表 2 甘草饮片成分含量测定

Table 2 Content determination of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma

			%		
编号	甘草苷	甘草酸	编号	甘草苷	甘草酸
GC-01	1.10	2.24	GC-23	0.58	1.81
GC-02	0.90	2.12	GC-24	0.68	1.79
GC-03	0.48	1.91	GC-25	0.65	1.86
GC-04	0.69	1.97	GC-26	0.80	1.80
GC-05	0.77	2.05	GC-27	1.01	1.90
GC-06	0.63	1.96	GC-28	1.19	2.08
GC-07	0.61	1.93	GC-29	0.90	1.90
GC-08	0.78	1.62	GC-30	1.33	2.14
GC-09	0.83	2.08	GC-31	0.57	1.68
GC-10	0.81	1.83	GC-32	0.68	1.73
GC-11	0.61	1.50	GC-33	0.81	2.05
GC-12	0.42	1.67	GC-34	0.62	1.88
GC-13	0.74	2.02	GC-35	0.70	1.83
GC-14	0.84	1.92	GC-36	0.71	1.98
GC-15	0.66	1.78	GC-37	0.59	2.04
GC-16	0.61	1.51	GC-38	0.45	1.42
GC-17	1.26	2.21	GC-39	0.71	1.83
GC-18	1.16	2.26	GC-40	1.18	2.18
GC-19	0.98	2.07	GC-41	0.71	1.98
GC-20	0.84	1.81	GC-42	0.58	1.44
GC-21	1.02	1.99	GC-43	1.20	2.29
GC-22	1.07	2.18	GC-44	0.67	1.73

贡献率 81.357%，大于 80%，说明可以全面反映甘草饮片的整体信息，主成分的提取可反映所有样品的大部分信息。其中，特征向量较大的依次为平均直径 0.936，平均质量 0.931，甘草苷质量分数 0.929，甘草酸质量分数 0.805，均 > 0.8，说明主成分有较大的贡献率，从中提取的信息较多。因此，在本实验中，这 4 个指标成为反映甘草饮片信息的重要因素。综上分析，最终确定甘草苷含量、甘草酸含量为评价甘草质量的主要内在指标，平均直径、平均质量作为主要外观指标。

**3.5 聚类分析** 依据确定的评价指标数据，将样品进行系统聚类分析。谱系图中的距离代表相似度，距离越远差异越大。结果见图 2。

将确定的几个指标作 K-均值聚类分析处理，最终聚类中心值见表 5。

**3.6 甘草饮片等级划分** 通过上表可以得出以下结论，一等甘草饮片，平均直径 > 1.66 mm，平均质

表 3 甘草饮片形态学参数测定

Table 3 Morphological parameters determination of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma

编号	平均直径 /mm	平均质量 /g	编号	平均直径 /mm	平均质量 /g
GC-01	1.56	0.50	GC-23	0.96	0.18
GC-02	1.58	0.49	GC-25	1.05	0.35
GC-04	1.31	0.37	GC-26	1.02	0.26
GC-05	1.32	0.41	GC-27	1.62	0.53
GC-06	1.28	0.37	GC-28	1.68	0.58
GC-07	1.37	0.45	GC-29	1.67	0.48
GC-09	1.45	0.42	GC-30	1.67	0.54
GC-10	1.50	0.55	GC-33	1.50	0.47
GC-13	1.36	0.46	GC-34	1.22	0.34
GC-14	1.40	0.39	GC-35	1.33	0.39
GC-17	1.62	0.55	GC-36	1.33	0.34
GC-18	1.68	0.61	GC-37	1.08	0.32
GC-19	1.66	0.43	GC-39	1.44	0.41
GC-20	1.54	0.47	GC-40	1.78	0.58
GC-21	1.68	0.58	GC-41	1.44	0.41
GC-22	1.65	0.50	GC-43	1.77	0.60

表 4 4 个指标相关性分析

Table 4 Correlation analysis results of 4 index

	甘草苷	甘草酸	平均直径	平均质量
甘草苷	1.000			
甘草酸	0.718 <sup>1)</sup>	1.000		
平均直径 R	0.822 <sup>1)</sup>	0.613 <sup>1)</sup>	1.000	
平均质量 M	0.803 <sup>1)</sup>	0.616 <sup>1)</sup>	0.916 <sup>1)</sup>	1.000

注：<sup>1)</sup> P < 0.01。

量 > 0.54 g，甘草苷质量分数 > 1.10%，甘草酸质量分数 > 2.12%。二等甘草饮片，平均直径在 1.40 ~ 1.66 mm，平均质量在 0.42 ~ 0.54 g，甘草苷质量分数在 0.74% ~ 1.10%，甘草酸质量分数在 1.95% ~ 2.12%。三等甘草饮片，平均直径在 1.07 ~ 1.40 mm，平均质量在 0.29 ~ 0.42 g，甘草苷质量分数在 0.65% ~ 0.74%，甘草酸质量分数在 1.88% ~ 1.95%。等外甘草饮片，平均直径 < 1.07 mm，平均质量 < 0.29 g，甘草苷质量分数 < 0.65%，甘草酸质量分数 < 1.88%<sup>[11]</sup>。

#### 4 讨论

本文通过对甘草饮片的外观指标和内在指标进行考察，运用数理统计学的相关性分析、主成分分析

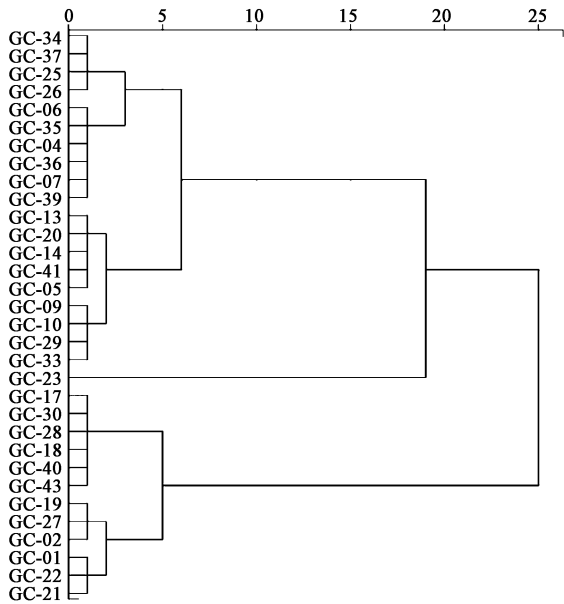


图 2 甘草饮片的聚类

Fig. 2 Cluster pedigree of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma sample

表 5 甘草饮片规格等级的 K-均值聚类法最终聚类中心值

Table 5 Final cluster center value of K-mean clustering method of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma

聚类分析	甘草苷	甘草酸	平均直径	平均质量
1	1.10	2.12	1.66	0.54
2	0.74	1.95	1.40	0.42
3	0.65	1.88	1.07	0.29

和聚类分析等方法,将甘草饮片分为 4 个等级并制定了相关甘草饮片等级标准。本实验得出的结论与传统经验鉴别方法一致,即饮片越大,质量越大的甘草饮片质量越好。邓哲等<sup>[5]</sup>也提出过甘草饮片相对质量常数越大,其外观性状上个头一般会越大,与“甘草以大为好”的传统认识相符合。通过测量甘草饮片发现,厚度指标受加工方式和加工参数影响,在一定范围内波动,偏差不是特别大,故而不将其作为主要影响因素。

通过数理统计方法进行分析,以下指标可用作甘草饮片的等级评价参数,分别为甘草饮片的直径、质量、甘草苷含量、甘草酸含量。在实际应用时,为增加便利性、减少操作成本,可采用以上 2 种外观

指标(直径、质量)对饮片进行等级划分。

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性使用具有积极意义。在后续研究中,还可增加评价指标如总皂苷和总黄酮等,结合标准汤剂研究、生物效价测定法来综合评价甘草饮片的质量情况,制定出更客观、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] 黄明进,王文全,魏胜利,等. 我国甘草药用植物资源调查及质量评价研究[J]. 中国中药杂志,2010,35(8):947-952.

[4] 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.

[5] 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.

[6] 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.

[7] 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.

[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. 三七饮片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.

[10] 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.

[11] 万军,周霞,李晓倩. 天麻饮片等级研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(1):342-344.

[责任编辑 顾雪竹]