

ICS 11.120.10
C 23

甘肃省中药材产地生产加工标准

DB62/T001DDBZ—2019

岷归道地药材质量标准

2019-08-23 发布

2019-10-01 实施

甘肃省药品监督管理局

发布

目 次

前言.....	3
1 范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
4. 技术要求.....	6
5 检验方法.....	6

甘肃省中药饮片地方标准

前 言

本标准在遵从《中华人民共和国药典》的基础上，提出“岷归”道地药材的质量标准。

实验样品采自甘肃省各地的当归产区，同时采集了省外有关产区的当归样品，研究制定了“岷归”道地药材的质量标准。

本标准由甘肃省药品监督管理局提出并归口。

本标准负责起草单位：甘肃省药品检验研究院、陇西保和堂药业有限责任公司、岷县当归研究院。

本标准参加起草单位：中国食品药品检定研究院岷县中药材生产技术指导站、甘肃省道地药材研究所、甘肃省中藏药检验检测技术工程研究中心、甘肃省中藏药检验检测技术工程实验室、甘肃省药学会。

本标准主要起草人：杨平荣、宋平顺、倪琳、魏锋、马双成、马中森、李开银、贺军权、马潇。

本标准参加起草人：吴仲涛、石鹏刚、郭增祥、季贵文、郎建军、刘富强、刘志浩、杨耘、卢雪蕊、蔺瑞丽、王亚飞、刘昭伟、唐想芳、李文义。

本标准为首次发布，为推荐性标准。

岷归道地药材质量标准

1 范围

本标准规定了岷归道地药材的术语、定义、来源、道地产区、质量特征

本标准适用于岷归道地药材的生产、销售和使用的质量检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单项）适用于本文件。

中华人民共和国药典（2015 年版一部、四部）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 当归

本品为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv) Diels 的干燥根。

主产于甘肃，四川、云南、青海亦产。为甘肃的道地药材。

3.2 岷当归 Min danggui

产自甘肃省岷县及周边地区的当归道地药材，简称岷归。

3.3 岷当归道地产区

岷当归道地产区，位于甘肃南部的岷山山脉东支南北两面山麓地区和陇中黄土高原与青藏高原的交汇过渡带，包括甘肃的岷县、宕昌、临潭、卓尼和漳县等，海拔 2400~2800m 的高寒二阴地区。

4. 技术要求

4.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
形状	略呈圆锥形，下部有支根 3~5 条或更多
大小	长 15~25cm
根头 (归头)	直径 1.5~4cm，上端圆钝具环纹，或具数个明显突出的根茎痕，有紫色或黄绿色的叶鞘残基
主根 (归身)	归身较明显，表面凹凸不平

性状	支根 (归尾)	直径 0.3~1cm, 上粗下细, 多扭曲, 有少数须根痕
	外表面颜色	黄棕色至棕褐色
	外表面特征	具纵皱纹和横长皮孔样突起
	质地	质地紧密而柔韧
	断面颜色	呈黄白色, 皮部较厚, 木部色较淡, 形成层环 黄棕色
	断面特征	油润, 菊花心明显; 具多数棕色点状分泌腔
	气味	有浓郁的香气, 味微甘、辛、微苦
	整体评价	质地紧密而柔韧, 油润, 菊花心明显; 香气浓 郁, 味微甘、辛、微苦。

注: 柴性大、干枯无油或断面呈绿褐色者不可供药用。

4.2 显微鉴别要求

应符合表 2 的规定。

表 2 显微鉴别要求

项 目		要 求
显微特征	横切面 特征	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 μ 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。
	粉末特 征	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 μ m。有时可见油室碎片。

4.3 理化指标

应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

项 目	标准规定	检验方法
薄层色谱 (以当归对照药材作为对 照)	供试品色谱中, 在与当归对照药材 色谱相应的位置上, 显相同颜色的 荧光斑点。	中国药典 2015 年版一 部当归【鉴别】(2)
薄层色谱 (以阿魏酸对照品、藁本 内酯对照品作为对照)	供试品色谱中, 在与阿魏酸、藁本 内酯对照品色谱相应的位置上, 显 相同颜色的荧光斑点。	中国药典 2015 年版一 部当归【鉴别】(3)
水分 \leq	15.0%	中国药典 2015 年版一 部当归【检查】项下 水分

总灰分	≤	7.0%	中国药典 2015 年版一部当归【检查】项下总灰分
酸不溶性灰分	≤	2.0%	中国药典 2015 年版一部当归【检测】项下酸不溶性灰分
特征图谱鉴别	鉴别(1)	供试品特征图谱中, 不应出现 2 个特异色谱峰, 与阿魏酸峰(S 峰)的相对保留时间分别为 1.56±5%和 2.41±10%	附录 A
	鉴别(2)	供试品特征图谱中, 在与阿魏酸峰(S 峰)的相对保留时间分别为 0.66±5%(峰 1)和 1.19±5%(峰 2)出现 2 个色谱峰, 其峰 1 和峰 2 积分面积之和与同样品中阿魏酸的比值应该不得过 1.0	
红外光谱鉴别		供试品红外光谱图录入当归药材红外光谱的标准普库中, 通过红外光谱相似度匹配, 进行定性分析。	附录 B
浸出物	≥	50.0%	中国药典 2015 年版一部当归【浸出物】
挥发油	≥	0.4ml/g	中国药典 2015 年版一部当归【挥发油】
阿魏酸	≥	0.060%	中国药典 2015 年版一部当归【含量测定】项下阿魏酸

4.4 重金属及有害元素

表 3 重金属及有害元素

项目	规定	检验方法
铅	≤ 5mg/kg	中国药典 2015 版四部通 2321
镉	≤ 0.3mg/kg	
砷	≤ 2mg/kg	
汞	≤ 0.2mg/kg	
铜	≤ 20mg/kg	

4.5 二氧化硫残留量

表 5 二氧化硫残留量

项目	规定	检验方法
二氧化硫残留量	≤ 150 mg/kg	中国药典 2015 版四部通 2331

5 检验方法

5.1 感官要求

按《中国药典》2015年版一部当归项下规定的【性状】方法检验。

5.2 显微鉴别要求

按《中华药典》2015年版一部当归项下规定的【鉴别】(1)方法检验。

6. 附注

当归药材中的农药残留量，照农药残留量测定法(中国药典 2015年版四部通则 2341)测定。

甘肃省中药饮片地方标准

附录 A

特征图谱鉴别

1 范围

本标准是采用高效液相色谱仪进行当归药材和饮片中掺假独活、掺假欧当归分析的一般规定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单项）适用于本文件。

中华人民共和国药典（2015 年版一部、四部）

国家药品标准技术规范（2013 年第 4 版）

3. 术语和定义

3.1 特征图谱

是指中药经过适当的处理后，采用一定的分析方法得到的能够标识其中重要特征信息的图谱。

3.2 掺假

在正品药材或饮片中非法掺入外观性状相似的非同种类物质的行为。

3.2.1 掺假独活

在当归饮片中非法掺入独活饮片（重齿毛当归 *Angelica pubescens* Maxim. f. *biserrata* Shan et Yuan 的干燥根的切制品）。

3.2.2 掺假欧当归

在当归饮片中非法掺入欧当归饮片（欧当归 *Levisticum officinale* Koch. 的干燥根的切制品）。

4. 试验方法 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

4.1 色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈流动相 A，1.0% 乙酸溶液为流动相 B，按表进行梯度洗脱。柱温为室温。检测波长为 280nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

时间	流动相(A)	流动相(B)
0~90	2→100	98→0
90~95	100→2	0→98
95~100	2	98

4.2 参照物溶液的制备 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 1ml 含阿魏酸 12μg 的溶液，摇匀，即得。

4.3 供试品溶液的制备 取样品粉末（过三号筛）约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理 40 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失

的重量，摇匀，静置，取上清液滤过，取续滤液，即得。

4.4 测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，记录 100 分钟的色谱图，即得。

4.5 特征图谱 供试品特征图谱中应呈现 5 个特征峰，与参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 5%之内，规定值为：0.60(峰 1)、0.65(峰 2)、1.0(峰 S)、2.26(峰 3) 和 2.35(峰 4)。

4.5.1 特征图谱鉴别(1) (特异色谱峰检查供试品中掺假独活)

在供试品特征图谱中，不应出现 2 个特异色谱峰，与阿魏酸峰(S 峰)的相对保留时间分别为 $1.57 \pm 5\%$ 和 $2.41 \pm 10\%$ 。

4.5.2 特征图谱鉴别(2) (比值法检查供试品中掺假欧当归)

在供试品特征图谱中，在与阿魏酸峰(S 峰)的相对保留时间分别为 $0.66 \pm 5\%$ (峰 1) 和 $1.19 \pm 5\%$ (峰 2) 出现 2 个色谱峰，其峰 1 和峰 2 峰面积之和与样品中阿魏酸峰面积的比值应不得超过 1.0。

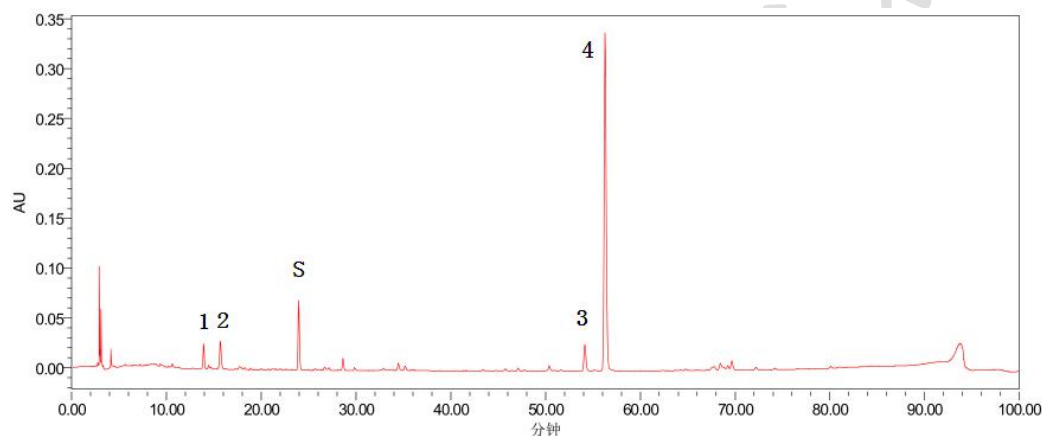


图 1 岷当归药材特征图谱 (S: 阿魏酸)

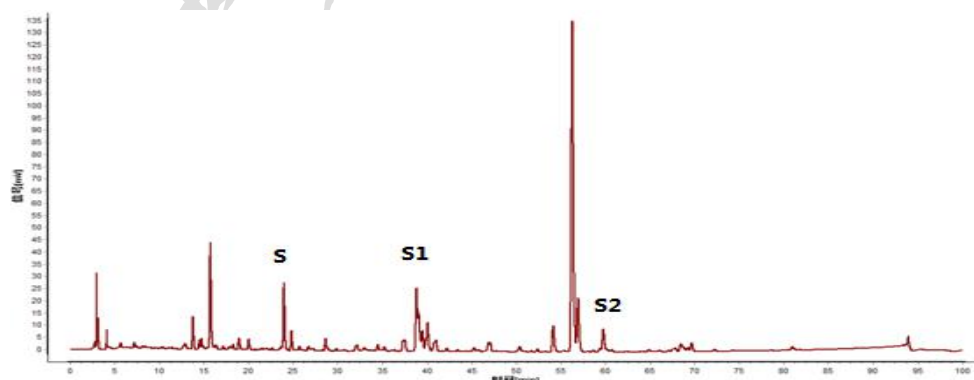


图 2 独活药材特征图谱 (S: 阿魏酸)

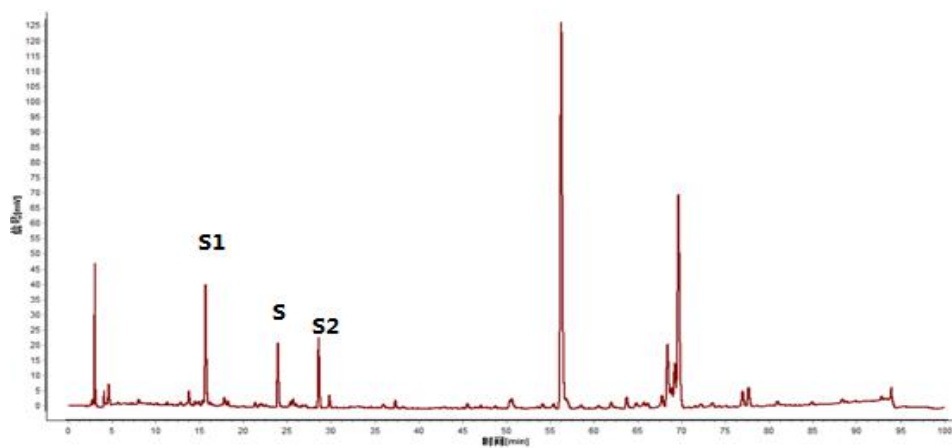


图 3 欧当归指纹图谱 (S: 阿魏酸)

甘肃省中药饮片地方标准

附录 B

红外光谱鉴别

1 范围

本标准是采用傅里叶变换红外光谱仪进行当归药材的定性分析及相关性分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单项）适用于本文件。

中华人民共和国药典（2015年版四部）

ATC 009 红外光谱分析技术

GB/T 14666—1993 分析化学

GB/T 7764—2001 橡胶鉴定 红外光谱法

GB/T 6040—2002 红外光谱分析方法通则

3 方法依据

中药样品含有非常复杂的化学组分，所含基团及其数量各不相同，分子结构各不相同，当红外辐射通过液体或固体中药样品时，将在不同波长处出现它们各自特有的吸收峰（带）强度的叠加，以波长或波数为横坐标，吸光度或透过率为纵坐标绘图，得到样品的特征吸收曲线为红外吸收光谱。以红外光谱的宏观形貌以及吸收峰的峰位置、峰强度和峰形状整体指纹特征来定性判断或鉴别样品之用。以某些特征谱带或特征峰的相对强度来确定样品中某组分的定性分析之用。

4 仪器和设备

傅里叶变换红外光谱仪：仪器分辨率优于 4cm^{-1} ，基线噪声 $6000:1\sim 2000:1$ ，波数范围 $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$ ，基线倾斜 $0.1\%T\sim 0.5\%T$ ，透过率准确度 $0.1\%T$ ，透过率重复性 $0.1\%T\sim 0.5\%T$ ，吸光度重复性 <0.005 。

5 安装环境条件

5.1 仪器应安装在清洁无尘、无震动、无电磁干扰、无腐蚀性气体的实验室内。

5.2 应尽量避免日光的直接照射，室内温度应控制在 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ 范围内，湿度 $<60\%$ 。

5.3 供给电源要有稳压设备，使电压稳定在 $220\pm 5\text{V}$ ， 50Hz 。

6. 试样和试剂

6.1 试样

为产于全国各地的当归药材样品。

6.2 试剂

优级纯或光谱纯的溴化钾（KBr）。

6.3 标准物

对照药材由国务院药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。

7. 分析步骤

7.1 样品制备

7.1.1 对照中药材试样

按照中国药典取样方法取样，粉碎后过 200 目（74 μm ）筛的粉末直接用 KBr 压片法测定。

7.1.2 中药材试样

按照中国药典取样方法取样，粉碎后过 200 目（74 μm ）筛的粉末直接用 KBr 压片法测定。

7.1.3 KBr 压片法（红外烤灯下操作）

取本品粉末（过 200 目）约 3mg，KBr 碎晶 150mg，置于玛瑙研钵中，磨细，并使其混合均匀。将研细混匀的粉末倾入 13mm 压片模具中，使其铺布均匀，加压至 0.8GPa~1GPa，保持 1min，使用压片机将其压成圆形薄片，另取约 3mg 的当归对照药材粉末（过 200 目），同法操作，压成圆形薄片，然后将供试品、对照药材薄片放入红外光谱仪进行测试，记录红外光谱图。在扫描待测样品前，先用纯 KBr 按前述方法压制成透明薄片，按照与扫描待测样品相同的参数设置方式进行测试，得到光谱背景。接下来扫描待测样品的光谱时，仪器会自动进行背景扣除，得到待测样品的红外光谱。

7.2 测定条件

7.2.1 仪器的参数

扫描范围：4000~400 cm^{-1} （波长 2.5 μm ~25 μm ）

分辨率：4 cm^{-1}

扫描次数：16~32 次，当噪音大时可适当增加次数。

7.2.2 制样时试样和 KBr 的用量

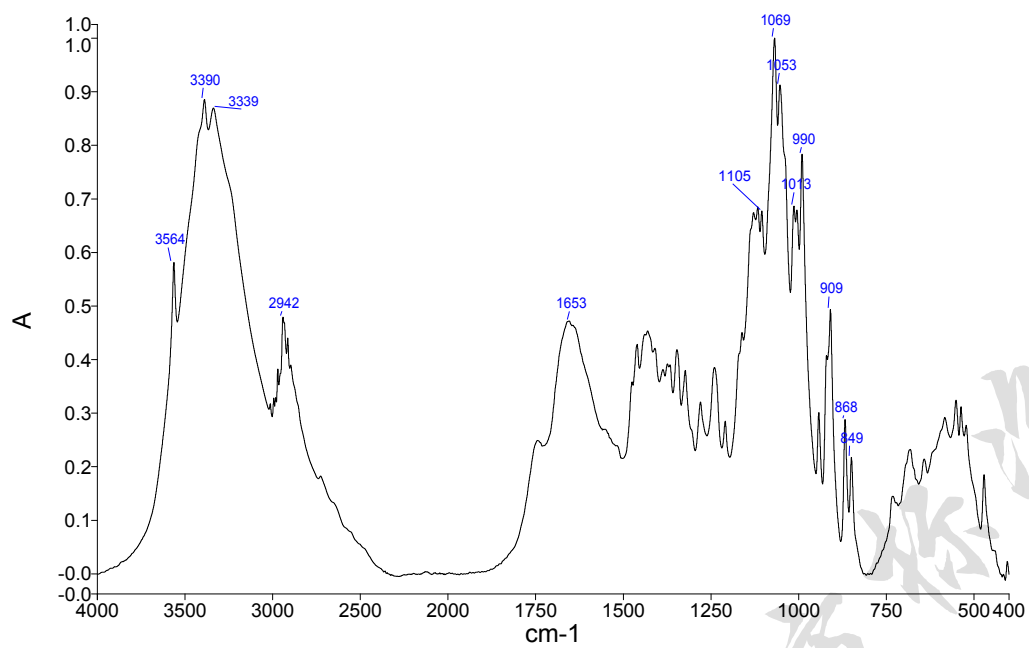
试样对 KBr 的比例，正常情况下一般试样占 1~2%（质量百分数），以所得红外谱图中基线与最强吸收峰的透过率差值（ $Y_{\text{基线}} - Y_{\text{最强峰}}$ ） $\geq 70\%$ 为宜。高含油脂、蛋白类等特殊试样其透过率差值会适当减小。

7.2.3 试样的重复测定次数

中药材：重复 3 次 相关系数在 ≥ 0.98 为宜。

8. 定性分析

取 3mg 的样品与 150mg 的 KBr 碎晶置于玛瑙研钵中，磨细，并使其混合均匀。将研细混匀的粉末倾入 13mm 压片模具中，使其铺布均匀，加压至 0.8~1 GPa，保持 1min，使用压片机将其压成圆形薄片，另取对照药材粉末 3mg，同法操作，压成圆形薄片，然后分别将样品和对照药材压片放入红外光谱仪进行测试，记录光谱图。通过供试品红外光谱与当归红外光谱标准普库相似度匹配，进行定性分析及相关性分析。



当归对照药材红外光谱图