

安徽省中药饮片炮制规范公示草案

草案 042-2018

霍山石斛饮片质量标准（草案）

霍山石斛

Huoshanshihu

DENDROBHMUOSHANENSIS HERBA

本品为兰科植物霍山石斛 *Dendrobium huoshanense* C.Z.Tang et S.J.Cheng 的新鲜茎或干燥茎。全年可采收，洗净，鲜用或干燥。

【炮制】鲜霍山石斛 取霍山石斛，除去根须、叶及泥沙等杂质，洗净，晾干，得鲜霍山石斛。

霍山石斛干条 取霍山石斛，除去杂质，加热去除叶鞘，洗净，干燥，得霍山石斛干条。

霍山石斛枫斗 取霍山石斛，除去杂质，加热去除叶鞘，洗净，边加热边扭成螺旋状或弹簧状，干燥，得霍山石斛枫斗。

霍山石斛粉 取霍山石斛，除去杂质，加热去除叶鞘，洗净，干燥，粉碎成细粉，得霍山石斛粉。

【性状】鲜霍山石斛 本品呈类圆柱形或类圆锥形，从根基部向上迅速变粗后逐渐变细，长 3~9cm，直径 2~9mm。表面淡黄绿色，有时可见淡紫红色斑点，光滑或有细纵纹，3~7 节，节间长 0.5~1.5cm，节上有时可见残留的灰白色膜质叶鞘；一端可见茎基部残留的短须根或须根痕。肉质，易折断，断面淡黄绿色或深绿色。气微，味淡，嚼之有黏性且少有渣。

霍山石斛干条 本品呈直条状或不规则弯曲形，长 2~8cm，直径 1~7mm。表面淡黄绿色或黄绿色，偶有黄褐色斑块，有细纵纹，节明显，节上有时可见残留的灰白色膜质叶鞘；一端可见茎基部残留的短须根或须根痕，另一端为茎尖，较细。质硬而脆，易折断，断面平坦，灰黄色至灰绿色，略角质状。气微，味淡，嚼之有黏性。

霍山石斛枫斗 本品呈螺旋形或弹簧状，通常为 2~5 个旋纹，茎拉直后长 2~8cm，直径 1~7mm。表面淡黄色至黄绿色，有细纵纹，节明显，节上有时可见残留的灰白色膜质叶鞘；一端可见茎基部残留的短须根或须根痕，另一端为茎尖，较细。质硬而脆，易折断，断面平坦。气微，味淡，嚼之有黏性。

霍山石斛粉 本品为淡黄色至黄绿色粉末。气微，味淡，嚼之有黏性。

【鉴别】（1）本品茎横切面：表皮细胞 1 列，扁平，外壁及侧壁稍增厚，微木化，外被黄色或橘黄色角质层，有的外层可见无色的薄壁细胞组成的叶鞘层。基本薄壁组织细胞多角形，大小相似，其间散在 9~47 个维管束，近维管束处薄壁细胞较小，维管束为有限外韧型，维管束鞘纤维群呈单帽状，偶成双帽状，纤维 1~2 列，外侧纤维直径通常小于内侧纤维，有的外侧小型薄壁细胞中含有硅质块。草酸钙针晶束多见于近表皮处薄壁细胞或近表皮处维管束旁的薄壁细胞中。薄壁细胞中含有淀粉粒。

本品粉末淡黄色至黄绿色。表皮细胞无色或淡黄色，表面观呈长多角形或类多角形，垂周壁连珠状增厚。束鞘纤维成束或离散，长梭形或细长，壁较厚，纹孔稀少，有时可见纤维束周围细胞含类圆形硅质块。木纤维细长，多成束，壁稍厚。网纹导管、梯纹导管或具缘纹孔导管直径 9~58 μm。草酸钙针晶成束或散在。

（2）取本品粉末（过二号筛）1g，加无水甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，蒸干，残渣加水 15ml 使溶解，用石油醚（60~90℃）洗涤 2 次，每次 20ml，弃去石油醚液，水液用乙酸乙酯洗涤 2 次，每次 20ml，弃去乙酸乙酯液，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加无水甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取霍山石斛对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各 3~5μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙醇-丁酮-乙

酰丙酮-水（20:20:5:85）为展开剂，展开（20℃以下），取出，晾干，在 105℃烘干，取出，喷以 5%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热约 3 分钟，取出，置紫外灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）聚合酶链式反应-限制性内切酶长度多态性方法

模板 DNA 提取 取本品 0.1g，置乳钵中研磨成极细粉。取 25mg，置 1.5ml 离心管中，加入 CTAB 沉淀液 1000 μ L，涡旋震荡，65℃水浴加热 20 分钟（中间震荡混匀 3 次），离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；弃去上清液，加入 1000 μ L CTAB 沉淀液，涡旋震荡，65℃水浴加热 10min，离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；弃去上清液，加入 1000 μ L CTAB 沉淀液，涡旋震荡，65℃水浴加热 10 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；弃去上清液，加入 CTAB 提取液 900 μ L、蛋白酶 K（20mg/mL）5 μ L 充分震荡混匀，65℃水浴加热 30 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟，吸取上清液于新的 2.0mL 离心管中；加入 900 μ L 三氯甲烷-异戊醇（体积比 24:1）溶液，充分震荡混匀，离心（转速为每分钟 12000g）10 分钟；取上清液，加入等体积三氯甲烷-异戊醇（体积比 24:1）溶液（约 800 μ L 左右），充分震荡混匀，离心（转速为每分钟 12000g）10 分钟；取上清液（分三层，取最上层，约 750 μ L 左右）于新的 2.0mL 离心管中，加入 2/3 体积的异丙醇，于-20℃放置 30 分钟；离心（转速为每分钟 12000g）10 分钟，弃去上清液；沉淀用 500 μ L 的 70%乙醇震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000g）3 分钟；弃去上清液，沉淀用 500 μ L 的 70%乙醇震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000g）3 分钟；弃去上清液，置 37℃水浴锅中开盖挥干乙醇；加入 50 μ LddH₂O，溶解 DNA 样本，作为供试品溶液，置 4℃冰箱中备用。另取霍山石斛对照药材 0.1g，同法制成对照药材模板 DNA 溶液。

PCR-RFLP 反应 鉴别引物：5'ATTCTTCATCAAGTTTAGTGCAATTC3'和 5'AGAGCTGATGGGCCTTTGA3'。PCR 反应体系：在 200 μ L 离心管中进行，反应总体积为 25 μ L，反应体系包括 10 \times PCR 缓冲液 2.5 μ L，dNTP(10mmol/L)1 μ L，鉴别引物（50 μ M）各 0.2 μ L，高保真 *Taq*DAN 聚合酶（5U/ μ L）0.2 μ L，10mg/mL BSA1 μ L，25% PVP 1 μ L，模板 1 μ L，无菌超纯水 18.4 μ L。将离心管置 PCR 仪，PCR 反应参数：95℃预变性 5 分钟，循环反应 40 次（95℃10 秒，58℃20 秒，

72°C 20 秒)，72°C 延伸 5 分钟。取 PCR 反应液，置 200 μ L 离心管中，进行酶切反应，反应总体积为 20 μ L，反应体系包括 10 \times 酶切缓冲液 2 μ L，PCR 反应液 17.5 μ L，AluI (10U/ μ L)0.5 μ L，酶切反应在 37°C 水浴反应 30 分钟。另取无菌超纯水，同法上述 PCR-RFLP 反应操作，作为空白对照。

电泳检测 照琼脂糖凝胶电泳法（中国药典 2015 年版四部通则 0541），胶浓度为 2.5%，胶中加入核酸凝胶染色剂 GelRed；供试品与对照药材的 PCR 产物和酶切产物分别与溴酚蓝指示剂上样缓冲液混合，供试品与对照药材 PCR 反应产物的上样量分别为 6 μ L，供试品与对照药材酶切反应产物的上样量分别为 8 μ L，DNA 分子量标记上样量为 6 μ L。电泳结束后，取凝胶片在凝胶成像仪上或紫外透射仪上检视。霍山石斛供试品凝胶电泳图谱中，在与对照药材凝胶电泳图谱相应位置上，在 100~200bp 间应有单一 DNA 条带，且 PCR 产物与酶切产物条带位置一致。其它石斛供试品凝胶电泳图谱中，在与对照药材凝胶电泳图谱相应位置上，PCR 产物在 100~200bp 间应有单一 DNA 条带，而酶切产物在 100~200bp（此条带小于 PCR 产物条带）、100bp 以下各有一条带。空白对照无条带。

【检查】 水分 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得过 12.0%（中国药典 2015 年版四部通则 0832 第二法）。

总灰分 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得过 8.0%（中国药典 2015 年版四部通则 2302）。

粒度 霍山石斛粉 全部通过五号筛，并含能通过六号筛的粉末不少于 95%（中国药典 2015 年版四部通则 0982 第二法）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得少于 12.0%。

【含量测定】 多糖 对照品溶液制备 取 D-无水葡萄糖标准品适量，精密称定，加水溶解，制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2 ml、0.4 ml、0.6 ml、0.8 ml、1.0ml，分别置 10ml 具塞试管中，各加水补至 1.0ml，精密加入 5%苯酚溶液 1ml（临用

配制)，摇匀，再精密加硫酸 5ml，摇匀，置沸水浴中加热 20 分钟，取出，置冰浴中冷却 5 分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版四部通则 0401），在 488nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液制备 取样品粉末（过 3 号筛）约 0.4g，精密称定，加水 200ml，加热回流 2 小时，放冷，转移至 250ml 量瓶中，用少量水分次洗涤容器，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 15ml 离心管中，精密加入无水乙醇 10ml，摇匀，冷藏 1 小时，取出，离心（转速为 4000 转每分钟）20 分钟，弃去上清液，沉淀加 80%乙醇洗涤 2 次，每次 8ml，离心，弃去上清液，沉淀加热水溶解，转移至 25ml 量瓶中，放至室温，加水至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密量取供试品溶液 1ml，置 10ml 具塞试管中，照标准曲线制备项下的方法，自“精密加入 5%苯酚溶液 1ml”起依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中 D-无水葡萄糖的量，计算，即得。

本品按干燥品计算，含霍山石斛多糖以 D-无水葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）计，霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得少于 17.0%。

【性味与归经】 甘，微寒。归肝、肾、胃经。

【功能与主治】 益胃生津，滋阴清热。用于阴伤津亏，口干烦渴，食少干呕，病后虚热，目暗不明。

【用法与用量】 鲜霍山石斛 15～30g。

霍山石斛干条 霍山石斛枫斗 霍山石斛粉 6～12g。

【贮藏】 置阴凉、干燥处。鲜霍山石斛置阴凉、干燥、通风处保存。霍山石斛粉密闭保存。

起草说明

【名称】 鲜霍山石斛、霍山石斛枫斗 中文名、汉语拼音同《安徽省中药饮片炮制规范》2005年版，未修订，拉丁名拉丁名参照《中国药典》2015年版一部，修订为“DENDROBII HUOSHANENSIS HERBA”。

霍山石斛干条、霍山石斛粉 霍山石斛干条和霍山石斛系新增品种。中文名、汉语拼音及拉丁名分别参照《中国药典》2015年版一部及《安徽省中药饮片炮制规范》2005年版等标准关于药材及饮片命名原则拟定。

【本草考证】 《本草纲目拾遗》首次记载有“霍石斛”一条，谓：“石斛，出江南霍山（今安徽省霍山县一带），形较钗斛细小，色黄，而形曲不直，有成毬者。……嚼之微有浆，粘齿，味甘微咸，形缩者真。……范瑶初云：……米心石斛。以其形如累米，多节，类竹鞭，干之成团，他产者不能米心，亦不成团也。^[16]”按产自安徽霍山且形体短小如累米，色黄味甘，嚼之黏齿者，只有霍山石斛 *Dendrobium huoshanense* Tang et Cheng。

关于石斛的产地记载，最早出现于《名医别录》中，谓“生六安水傍石上”。此时六安辖境相当于今安徽淮河以南，霍邱、六安以东和河南固始县地。

赵学敏对霍山石斛进行了高度评价：“出六安及颍州府霍山县，名霍山石斛，最佳。”乾隆《霍山县志》载：“因采购者众，本山搜剔已空。”而到了光绪《霍山县志》：“石斛则又搜求殆尽，寥寥如晨星矣。”可见霍山石斛在清代受到了大家的推崇，一度造成资源匮乏。民国名医张山雷同样认为，霍山石斛对治疗老人虚人胃液不足效果最佳。直到现代，霍山石斛仍受到一致好评，市场上以其它石斛冒充霍山石斛的报道层出不穷。

赵学敏对霍山石斛非常推崇，认为：“霍山石斛，最佳。……其功长于清胃热，惟胃肾有虚热者宜之，虚而无火者忌用。”名医张山雷在《本草正义》中对霍山石斛的临床功效进行了高度评价：“若老人虚人，胃液不足，而不宜大寒者，则霍山石斛为佳。”从上所述，霍山石斛一直被当做补胃益肾，养阴清热的上品，以补为主，清降为辅。

【来源】 兰科植物霍山石斛 *Dendrobium huoshanense* C. Z. Tang et S. J. Cheng 的新鲜或干燥的茎。样品信息见表 1。

表 1 样品信息

霍山石斛干条	霍山石斛枫斗	霍山石斛粉	产地
YP-HSSHGT-01-001	YP-HSSHFD-01-001	YP-HSSHF-01-001	
YP-HSSHGT-01-002	YP-HSSHFD-01-002	YP-HSSHF-01-002	
YP-HSSHGT-01-003	YP-HSSHFD-01-003	YP-HSSHF-01-003	
YP-HSSHGT-01-004	YP-HSSHFD-01-004	YP-HSSHF-01-004	
YP-HSSHGT-01-005	YP-HSSHFD-01-005	YP-HSSHF-01-005	安徽
YP-HSSHGT-01-006	YP-HSSHFD-01-006	YP-HSSHF-01-006	六安
YP-HSSHGT-01-007	YP-HSSHFD-01-007	YP-HSSHF-01-007	
YP-HSSHGT-01-008	YP-HSSHFD-01-008	YP-HSSHF-01-008	
YP-HSSHGT-01-009	YP-HSSHFD-01-009	YP-HSSHF-01-009	
YP-HSSHGT-01-010	YP-HSSHFD-01-010	YP-HSSHF-01-010	

【原植物】 茎直立，肉质，长 3~9 厘米，从基部上方向上逐渐变细，基部上方粗 3~18 毫米，不分枝，具 3~7 节，节间长 3~8 毫米，淡黄绿色，有时带淡紫红色斑点，干后淡黄色。叶革质，2~3 枚互生于茎的上部，斜出，舌状长圆形，长 9~21 厘米，宽 5~7 毫米，先端钝并且微凹，基部具抱茎的鞘；叶鞘膜质，宿存。总状花序 1~3 个，从落了叶的老茎上部发出，具 1~2 朵花；花序柄长 2~3 毫米，基部被 1~2 枚鞘；鞘纸质，卵状披针形，先端锐尖；花苞片浅白色带栗色，卵形，先端锐尖；花瓣卵状长圆形，通常长 12~15 毫米，宽 6~7 毫米；唇瓣近菱形，长和宽约相等，1~1.5 厘米，两侧裂片之间密生短毛，近基部处密生长白毛；中裂片半圆状三角形，先端近钝尖，基部密生长白毛并且具 1 个黄色横椭圆形的斑块；蕊柱淡绿色，长约 4 毫米，具长 7 毫米的蕊柱足；蕊柱足基部黄色，密生长白毛，两侧偶然具齿突；药帽绿白色，近半球形，长 1.5 毫米，顶端微凹。花期 5 月。

【采收与加工】 全年可采收，洗净，鲜用或干燥。

【产地】 安徽省霍山县。

【成分】 多糖、黄酮、生物碱等化合物。



图 1 霍山石斛植物图

【炮制】 鲜霍山石斛、霍山石斛枫斗 参照《安徽省中药饮片炮制规范》2005 年版“霍山石斛”项下采收与加工拟定。

霍山石斛干条、霍山石斛粉 根据实际生产采用的炮制方法及工艺等拟定。

【性状】 鲜霍山石斛、霍山石斛枫斗 分别根据样品的实际性状观察，对《安徽省中药饮片炮制规范》2005 年版修订。见图 2。

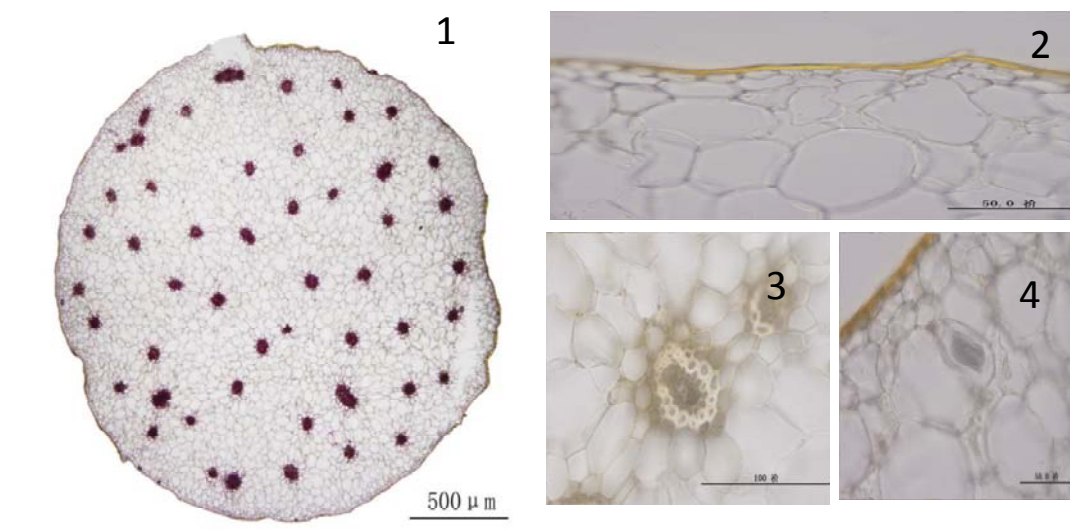
霍山石斛干条、霍山石斛粉分别根据样品的实际性状观察，并参照《安徽省中药饮片炮制规范》2005 年版拟定。见图 2。



A1 霍山石斛枫斗 A2 霍山石斛干条 A3 霍山石斛鲜条 A4 霍山石斛粉

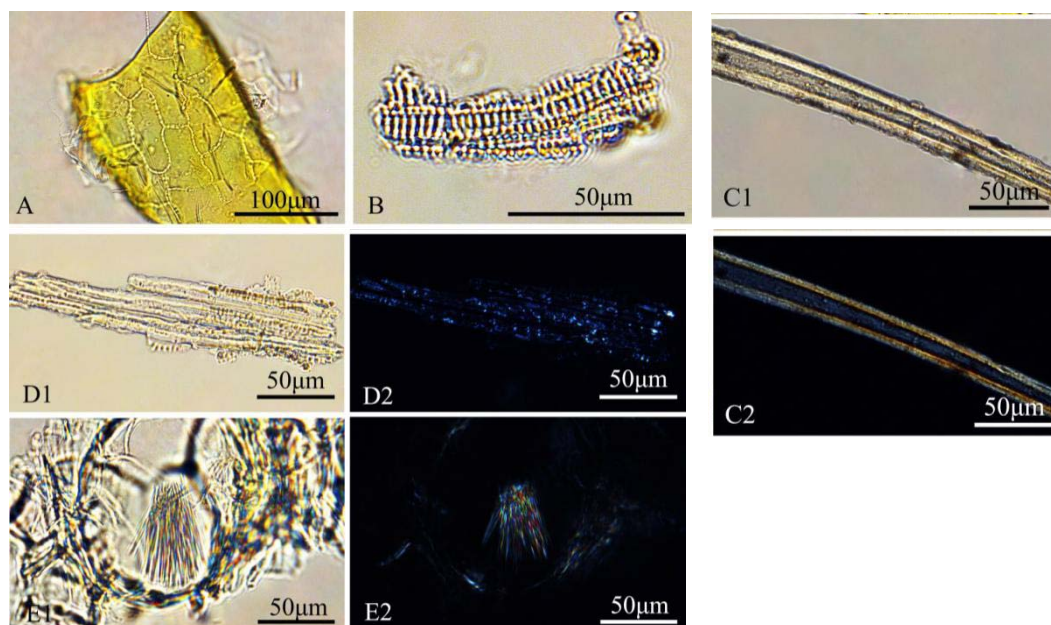
图 2 霍山石斛饮片图

【鉴别】（1）照显微鉴别法（中国药典 2015 年版四部通则 2001）测定霍山石斛茎横切面，见图 3。粉末表皮细胞、束鞘纤维、木纤维、导管、草酸钙针晶，并对其显微特征进行描述。见图 4。



1 茎横切面 2 皮层 3 维管束 4 草酸钙针晶

图 3 霍山石斛茎横切面显微图

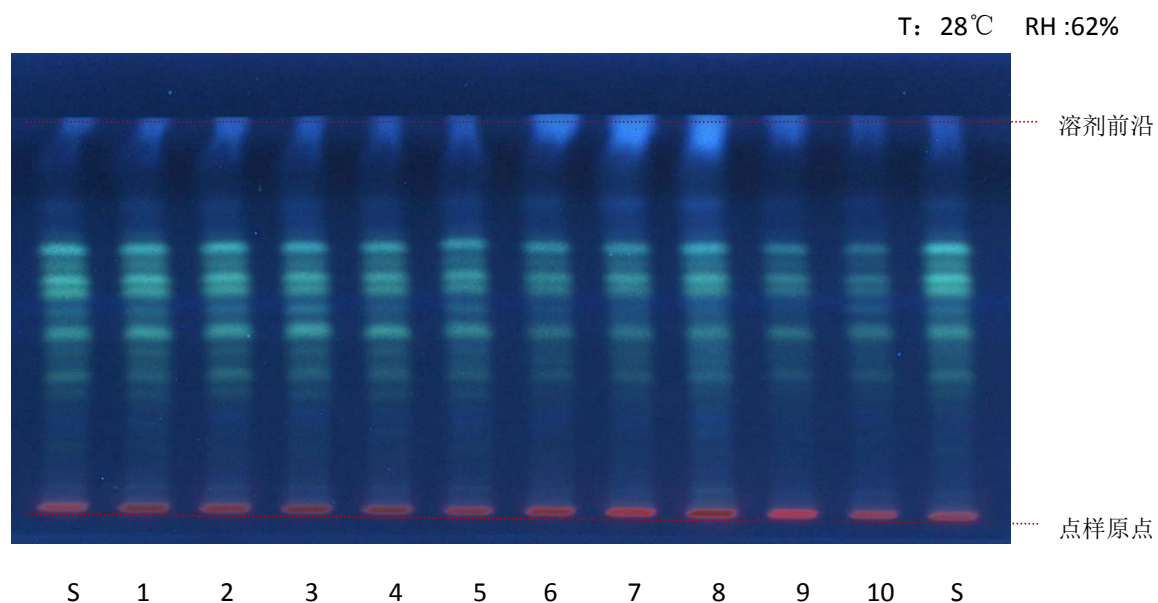


A.表皮细胞 B.导管 C1.束鞘纤维（明场） C2.束鞘纤维（偏光）

D1.木纤维（明场） D2.木纤维（偏光） E.草酸钙针晶

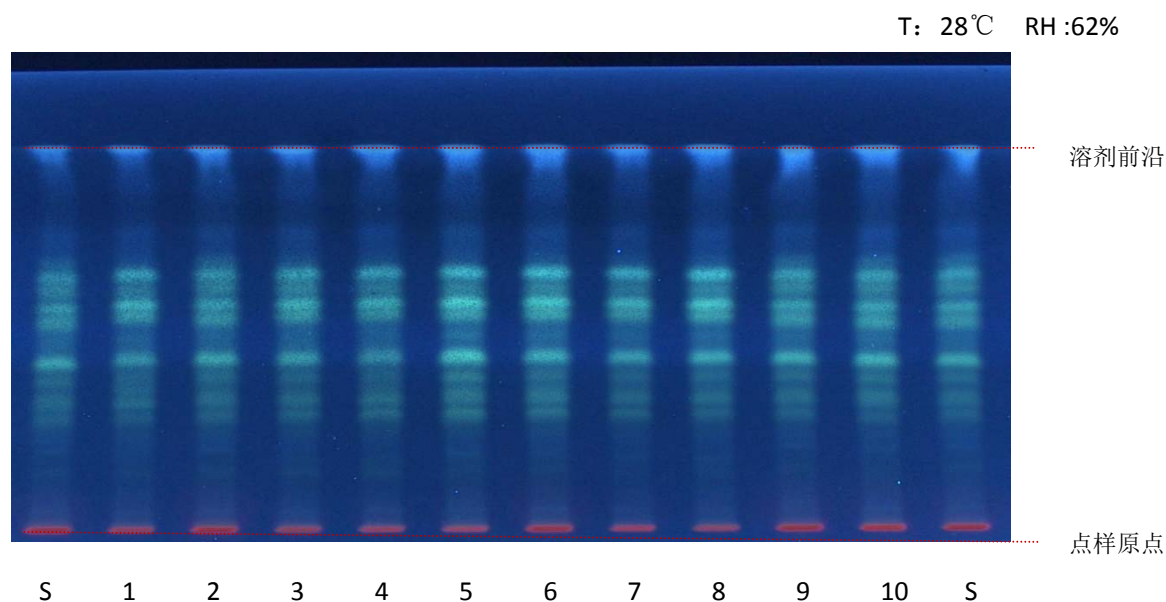
图 4 霍山石斛粉末显微图

(2) 薄层鉴别按中国药典 2015 年版四部通则 0502 研究，见图 5、图 6。



S: 霍山石斛对照药材 1-10: YP-HSSHGT-01-005、YP-HSSHGT-01-006、YP-HSSHGT-01-007、YP-HSSHGT-01-008、YP-HSSHGT-01-0010、YP-HSSHFD-01-002、YP-HSSHFD-01-003、YP-HSSHFD-01-004、YP-HSSHFD-01-006、YP-HSSHFD-01-007

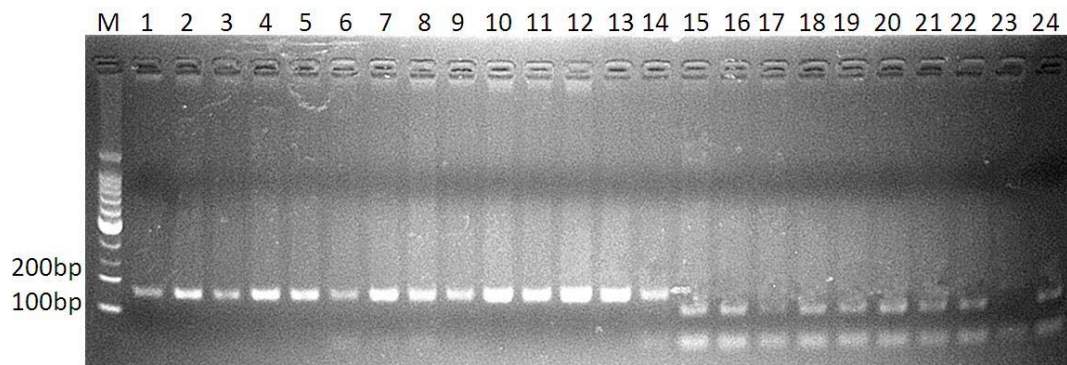
图 5 霍山石斛薄层色谱图



S: 霍山石斛对照药材 1-10: YP-HSSHF-01-001、YP-HSSHF-01-002、YP-HSSHF-01-003、YP-HSSHF-01-004、YP-HSSHF-01-005、YP-HSSHF-01-006、YP-HSSHF-01-007、YP-HSSHF-01-008、YP-HSSHF-01-009、YP-HSSHF-01-010

图 6 霍山石斛薄层色谱图

(3) 参照中国药典 2015 年版四部通则 0541 通则操作, 供试品凝胶电泳图谱中, 在与对照药材凝胶电泳图谱相应的位置上, 在 100~200bp 有一条 DNA 条带, 且在 0~150bp 无两条 DNA 条带。见图 7。



M:DNA 分子量标准 1-14:霍山石斛样品 15-24:其他石斛样品

图 7 凝胶电泳图谱

【检查】 水分 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得过 12.0% (中国药典 2015 年版四部通则 0832 第二法)。

总灰分 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得过 8.0% (中国药典 2015 年版四部通则 2302)。

粒度 霍山石斛粉 全部通过五号筛, 并含能通过六号筛的粉末不少于 95% (中国药典 2015 年版四部通则 0982 第二法)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法 (中国药典 2015 年版四部通则 2201) 项下的热浸法测定, 用乙醇作溶剂, 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得少于 12.0%。

【含量测定】 本品按干燥品计算, 含霍山石斛多糖以 D-无水葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6$) 计, 霍山石斛干条、霍山石斛枫斗和霍山石斛粉均不得少于 17.0%。

【性味归经】 【功能与主治】 【用法与用量】 【贮藏】 同《安徽省中药饮片炮制规范》2005 年版。

发布单位：安徽省食品药品监督管理局

起草单位：安徽省食品药品检验研究院
九仙尊霍山石斛股份有限公司
安徽中医院大学
安徽林兰药业有限公司

起草人：张亚中 胡冲 戴亚峰 李滨 彭代银 桂立新

复核单位：安徽省食品药品检验研究院
中国中医科学院中药资源中心

复核人：胡冲 袁媛

审核单位：安徽省食品药品检验研究院

审核人：班永生 鲁轮