

温莪术贮藏过程中质量稳定性研究

姜程曦^{1,2}, 王晓慧³, 赵秋月⁴, 李校堃²

(1. 浙江省亚热带作物研究所, 浙江 温州 325000; 2. 温州医学院 药学院, 浙江 温州 325035;

3. 吉林省农业科学院, 吉林 长春 130124; 4. 绵阳师范学院, 四川 绵阳 621000)

摘 要: 对不同贮藏时间温莪术的水分、挥发油和吉马酮含量进行了测定, 以研究温莪术在贮藏过程中的质量变化。结果表明: 温莪术在贮藏时, 常温和阴凉库贮藏水分、挥发油和吉马酮含量没有明显差异; 贮藏时间如超过 3 个月, 温莪术的水分含量会增加, 挥发油和吉马酮含量会降低; 宜选用编织袋作为包装材料, 避免使用塑料袋。

关键词: 温莪术; 贮藏; 质量变化

中图分类号: S 567.9 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2009)11-0208-04

中药的稳定性是指中药的化学、物理及生物学特性发生变化的程度。通过稳定性试验, 考察中药在不同环境条件下药品随时间变化的规律, 以认识和预测药品的稳定趋势, 为药品生产、包装、贮存、运输条件的确定和有效期的建立提供科学依据^[1-3]。稳定性是评价药品质量的重要内容之一, 根据研究目的和条件的不同, 稳定性研究内容可分为影响因素试验、加速试验和长期试验等。加速试验是在加速条件下进行的稳定性试验, 其目的是在较短的时间内, 了解原料或制剂的化学、物理和生物学方面的变化, 为制剂设计、质量评价和包装、运输、贮存条件等提供试验依据, 并初步预测样品的稳定性。长期试验是在接近药品的实际贮存条件下进行的稳定性试验, 为制订药物的有效期提供依据^[4-6]。

温莪术为温州市著名道地药材, 具有抗炎、杀菌、抗肿瘤等作用, 目前应用广泛^[7]。试验对温莪术的贮藏进行研究, 通过长期稳定性试验和加速稳定性试验对不同的贮藏条件和贮藏时间温莪术水分含量、挥发油含量、吉马酮含量进行测定, 期望找出温莪术的最佳贮藏条件和贮藏时间, 以防止因贮藏不当影响温莪术的产量和质量。

1 材料与方法

1.1 试验材料

取 2006 和 2007 年种植于浙江省温州市瑞安市陶山镇沙洲村 GAP 基地温郁金的根茎温莪术, 经成都中医

药大学李敏教授鉴定。

1.2 试验仪器

Agilent1100 型高效液相色谱仪 (G1379A 在线脱气泵, G1311A 四元比例阀, G1316 柱温箱, G1314A 紫外检测器); AL200 电子天平; KQ318T 超声清洗器。

1.3 试验试剂

吉马酮对照品购自中国药品生物制品检定所; 乙腈、甲醇为色谱纯 (天津四友), 水为重蒸水。

1.4 试验方法

1.4.1 长期稳定性试验方法 样品处理: 分别用纸箱、麻袋、编织袋和塑料袋包装温莪术, 每种包装平行 2 份, 每份称取温莪术 1 kg, 一份放在常温下进行观察测定, 另一份在阴凉库里进行观察测定。贮藏时间的考察: 2006 年 3 月到 2008 年 3 月, 将分别在 1、2、3、6、12、18、24 个月 (共 7 次) 测定水分、挥发油和吉马酮含量。

1.4.2 加速稳定性试验方法 样品的处理: 称取温莪术 1 kg, 分别装入以上各种包装材料, 放在设定的条件下 (温度 40℃, 相对湿度 75%) 下进行观察测定。贮存时间的考察: 在以上设定的条件下, 考察 6 个月, 前 3 个月每月测定 1 次水分、挥发油和吉马酮含量, 在第 6 个月时再测定 1 次水分、挥发油和吉马酮含量。

1.4.3 水分含量测定方法 照水分测定法 (《中国药典》2005 年版一部附录 IX H 第 2 法) 测定。取温莪术粉末 (直径不超过 3 mm) 约 25 g, 精密称定。置 100 mL 的圆底烧瓶中, 加入甲苯约 200 mL, 将仪器各部分连接, 自冷凝管顶端加入甲苯, 使其充满水分测定仪的刻度部分, 并溢流入烧瓶为止, 将圆底烧瓶放入电热套中加热, 待甲苯开始沸腾时, 调节温度, 使 1 s 馏出 2 滴, 待水分完全馏出, 即测定管中刻度部分的水量不再增加时, 将冷凝管内部先用甲苯冲洗, 继续蒸馏 5 min, 放冷至室温, 使水分与甲苯完全分离。检测水分量, 并计算供试品中

第一作者简介: 姜程曦 (1971-), 男, 博士, 研究方向为药用植物资源评价和中药材 GAP。E-mail: nongdawxh@yahoo.com.cn。

通讯作者: 李校堃 (1964-), 男, 研究员, 研究方向为中药材 GAP。

基金项目: 浙江省重点科技攻关资助项目 (2005C23019); 温州市科技计划资助项目 (S2005B001, N20090013); 浙江省中医药计划资助项目 (2008CB049)。

收稿日期: 2009-06-20

水分的百分数。水分含量=水分体积/取样量×100%。

1.4.4 挥发油含量测定方法 照挥发油测定法《中国药典》2005年版一部附录 X D)测定。取温莪术样品细粉(能通过2~3号筛,并混合均匀)约20 g,置100 mL的圆底烧瓶中,加水约400 mL,振摇混合后,连接挥发油测定器与回流冷凝管,自冷凝管上方加水使充满挥发油测定器的刻度部分,并溢流入烧瓶时为止,置电热套中加热,保持微沸约4 h,至测定器中油量不再增加,停止加热,放置片刻,开启测定器下端的活塞,使水缓缓流出,至油层上端达0线上面,便于读取为止,放置至冷却,读取挥发油的量,计算出供试品中挥发油的百分数。挥发油含量=挥发油体积/(取样量-取样量×水分含量)

1.4.5 吉马酮含量测定方法 吉马酮对照品溶液制备:精密称取吉马酮对照品适量,加甲醇制成每1 mL含吉马酮60 μg的溶液。样品的处理方法:取温莪术细粉0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50 mL,称定重量,超声提取60 min,放冷,再称定重量,加甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取过滤液即得。色谱条件:色谱柱:Agilent-C₁₈(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:乙腈:甲醇:水(45:30:25);检测波长:244nm;流

速:0.8 mL/min;柱温:35℃。测定:用进样针分别吸取已经处理的莪术样品50 μL,进样检测。

2 结果与分析

2.1 长期稳定性试验方法

2.1.1 常温和阴凉库不同贮存方法和不同贮存时间水分含量的测定 水分是植物生长和光合作用必不可少的成分,但当植物或种子贮藏时,若贮藏不当由于高温、潮湿等引起灰分含量上升,会引起发热、霉变等。特别是受黄曲霉危害后,既不适合留种,也不宜入药,水分含量对温莪术的贮藏也至关重要,一般温莪术的水分含量不应该超过14%^[8]。分别在1、2、3、6、12、18、24个月,测定不同包装材料中水分含量的变化,由图1可以看出,无论常温还是阴凉库,随着贮存时间的增长,含水量都逐渐增多,24个月是水分含量达到最高。不同包装材料的试验中可以看出,无论常温还是阴凉库,塑料袋包装的水分增加都最快,常温下贮藏24个月的水分含量增加了81%,阴凉库下贮藏24个月的水分含量增加了79%,说明了阴凉库贮藏比常温贮藏的效果要好。常温和阴凉库下,编织袋贮存水分含量增加的都最慢。

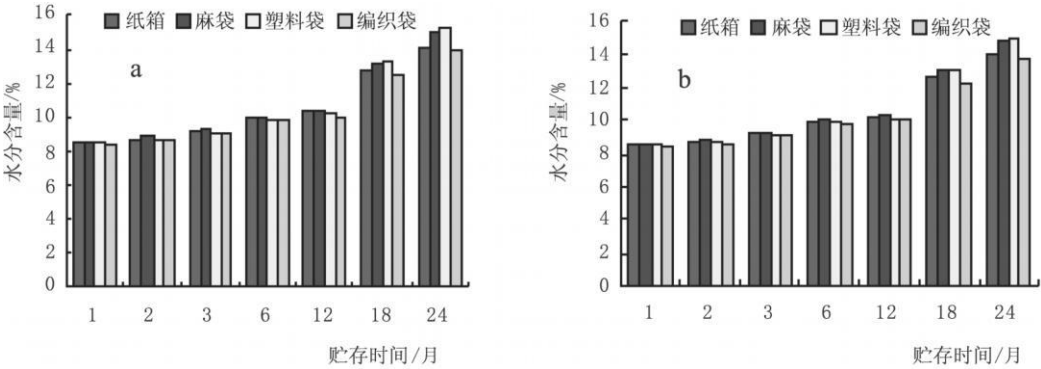


图1 常温(a)和阴凉库(b)下不同贮存方法和贮存时间水分含量的测定

2.1.2 常温和阴凉库不同贮存方法和不同贮存时间挥发油含量的测定 莪术中含有两大类成分,即挥发油和姜黄素。莪术中含挥发油约2%左右,油中的主要成分为莪术醇、榄香烯、吉马酮等。研究表明,莪术油在抗肿瘤、抗血栓方面成效显著,且有抗早孕、抗菌、保肝、抗银屑病等作用,目前正成为新的热点^[9]。由图2可知,常温和阴凉库下贮存,温莪术挥发油的差别不大。随着贮藏时间增长,挥发油的含量逐渐降低,24个月时的挥发油含量最低,贮藏1个月和2个月,挥发油的变化不大,这说明为了保证温莪术挥发油的质量,温莪术的贮藏时间最多不要超过3个月。不同包装材料中,无论常温还是阴凉库,编织袋的挥发油含量在不同贮藏时间里都降低最慢,分别降低50.2%和50.3%,塑料袋包装降低的最快,分别降低59.2%和56%。说明在选择包装材料时,

最好选用编织袋,其次为纸箱,然后是麻袋,最后考虑塑料袋。

2.1.3 常温和阴凉库不同贮存方法和不同贮存时间吉马酮含量的测定 莪术具有行气破血、消积止痛之功效;此外,现代研究表明,莪术挥发油还具有抗肿瘤、抗病毒、提高免疫功能和保肝等活性,其抗肿瘤活性物质主要为榄香烯、莪术酮、莪术二酮、莪术醇、异莪术醇、吉马酮等。由于吉马酮做为温莪术的有效成分之一,含量比较高,所以选用吉马酮作为莪术药材质量评价指标已逐渐被重视^[10]。图3为常温和阴凉库不同贮存方法和不同贮存时间吉马酮含量的测定。由图3可知,无论常温还是阴凉库,吉马酮含量都随着贮藏时间的增长而降低。前3个月降低不显著,6月降低幅度很大,所以为了保证温莪术有效成分的质量,建议温莪术的贮藏时间不

要超过3个月。不同包装材料中,编织袋的吉马酮含量无论是常温还是阴凉库随着时间的延长,其降低幅度都要低于其它包装材料,常温降低幅度为64%,阴凉库降

低63.7%。塑料袋的降低幅度最大,常温和阴凉库分为降低66.4%和65.5%。所以从吉马酮含量的角度考虑,贮藏莪术时最好选用编织袋作为包装材料。

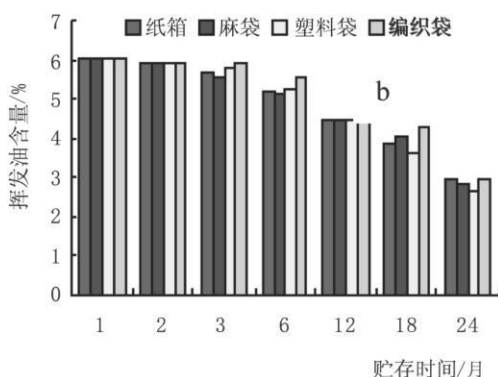
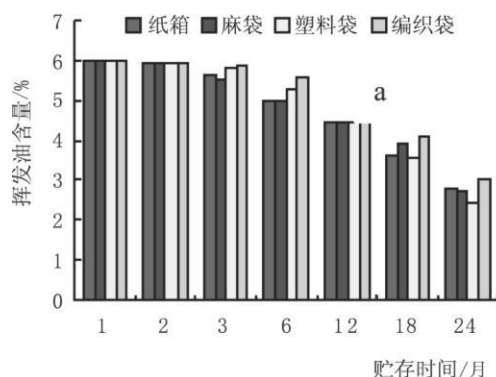


图2 常温(a)和阴凉库(b)不同贮存方法和不同贮存时间挥发油含量的测定

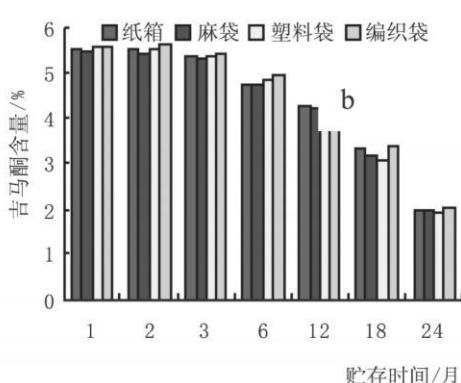
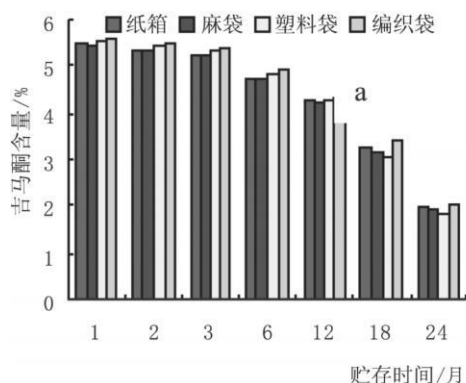


图3 常温(a)和阴凉库(b)不同贮存方法和不同贮存时间吉马酮含量的测定

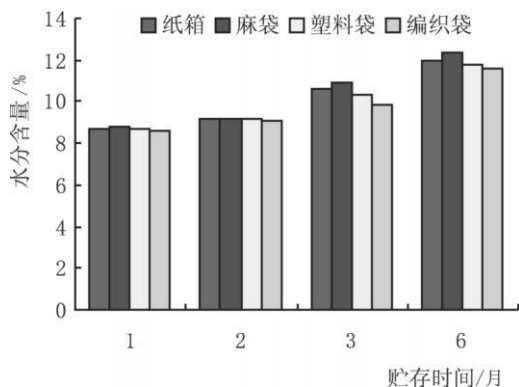


图4 加速试验不同贮存方法和不同贮存时间水分含量的测定

2.2 加速稳定性试验

2.2.1 不同贮存方法和不同贮存时间水分含量的测定

由图4可知,水分含量随着贮藏时间的延长而增加,但是1个月和2个月增加不明显,3个月以后才有显著的增加。不同包装材料中,编织袋的水分含量增加最慢,增加25.9%。和长期稳定性试验结果相同。麻袋包装材料中,水分含量增加最快,增加29.1%,其次为纸箱和塑料袋。

2.2.2 不同贮存方法和贮存时间挥发油和吉马酮含量

的测定 图5是加速试验不同贮存方法和不同贮存时间挥发油和吉马酮含量的测定结果。随着贮藏时间的延长,挥发油含量和吉马酮含量都有所降低。麻袋包装的温莪术挥发油含量和吉马酮含量降低最多,分别为40.7%和26.9%。编织袋包装的温莪术挥发油和吉马酮含量降低最少,分别降低了33%和21.1%。

3 结论与讨论

药品的安全性关系到人们的生命安全,但是近几年来却屡屡发生因为药品的质量问题而危害人们的生命。对中药而言,中药的源头就是中药材,要想中药药品的质量符合药品质量管理的规定,就必须先控制其源头-药材的质量,所以保证中药材质量的稳定至关重要。温莪术为温州市道地药材,已有数千年的种植历史,但是至今还没有人对其贮藏的方法和稳定性进行研究。该试验对麻袋、塑料袋、纸箱和编织袋等不同贮藏材料和贮藏时间进行了研究,试图找出最佳的贮存方法和贮存时间,以保证温莪术药品质量的安全和稳定。

3.1 不同贮藏方法和时间水分含量的变化

长期稳定性试验和加速稳定性试验中,无论常温还是阴凉库,随着贮存时间的增长,含水量都逐渐增多,但

是前几个月水分增加的并不是很明显, 3 个月后水分的含量呈现明显增加的趋势。所以, 为了保证温莪术的水分含量保持在一定的水平, 温莪术的贮藏时间最好不要超过 3 个月。4 种包装材料中, 无论常温还是阴凉库, 塑

料袋包装的水分增加都最快, 编织袋贮存水分含量增加的都最慢, 但是, 阴凉库贮藏比常温贮藏的效果要好。加速试验中, 麻袋贮藏时, 水分含量增加最快, 所以在加速试验中, 最好避免用麻袋来储存温莪术。

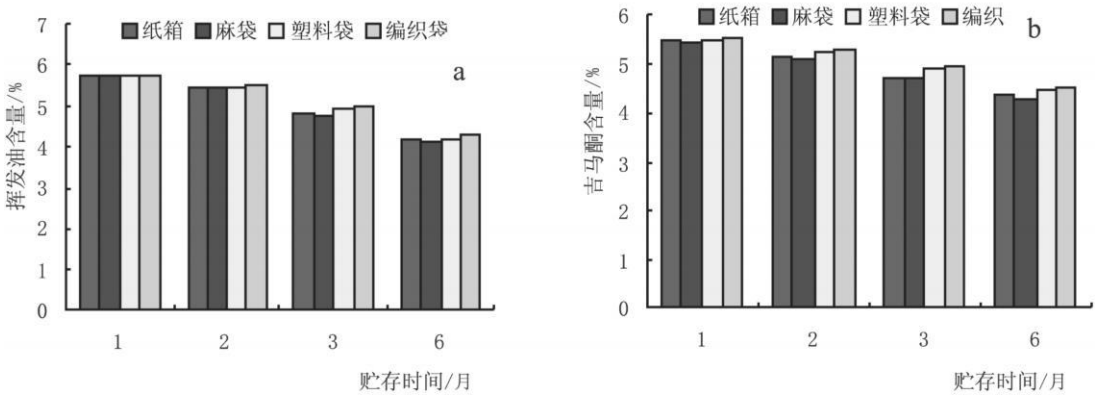


图 5 加速试验不同贮存方法(a) 和不同贮存时间(b)挥发油和吉马酮含量的测定

3.2 不同贮藏方法和时间挥发油含量的变化

常温和阴凉库下贮存, 温莪术挥发油含量的差别不大。随着贮藏时间增长, 挥发油的含量逐渐降低, 短时间内贮藏, 挥发油含量变化不大, 为了保证温莪术挥发油的质量, 温莪术的贮藏时间最多不要超过 3 个月。长期稳定性试验中, 无论常温还是阴凉库, 编织袋的挥发油含量在不同贮藏时间里都降低最慢, 塑料袋包装降低的最快。加速稳定性试验中, 麻袋挥发油含量的降低最快, 编织袋的降低也最慢, 在选择包装材料时, 最好选用编织袋。

3.3 不同贮藏方法和时间吉马酮含量的变化

吉马酮含量也随着贮藏时间的增长而降低。前 3 个月降低不显著, 6 月降低幅度很大。不同包装材料中, 编织袋的吉马酮含量无论是常温还是阴凉库随着时间的延长降低幅度都要低于其它包装材料。通过试验发现温莪术在贮藏时, 常温 and 阴凉库贮藏的差异不是很大。为了保证温莪术的质量, 贮藏时间最好不要超过 3 个月, 时间过长温莪术的水分含量会增加, 挥发油和吉马酮含量会降低。在选取储存材料时, 最好选用编织袋

作为包装材料, 避免使用塑料袋作为包装材料。

参考文献

[1] 朱卫星, 李爱光, 陈方, 等. 中药包装贮藏的研究概况[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(11): 2304-2305.
[2] 倪世美. 不同保藏方法对高温下杏仁中生育酚稳定性的影响[J]. 中草药, 2005, 36(8): 1172-1174.
[3] 蒋桂华. 川芎贮藏条件的研究[J]. 中药材, 2005, 28(6): 464-466.
[4] 晋小军, 黄惠英, 李国琴, 等. 不同包装对党参皂苷含量的影响[J]. 中国野生植物资源, 2002, 21(5): 57-59.
[5] 陆善旦, 马丽飞, 唐伯灵, 等. 不同包装材料对易变质中药材贮存的初步研究[J]. 中药材, 1994, 17(10): 23-25.
[6] 闫琪, 姜大成. 中药饮片“袋包装”的初步研究[J]. 中医药学报, 1997, 5(5): 1172-1174.
[7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 197.
[8] 汪晓峰, 景新明, 郑光华. 含水量对种子贮藏寿命的影响[J]. 植物学报, 2001, 43(6): 551-557.
[9] 丁玉玲, 徐爱秀. 莪术油及其有效成分抗肿瘤研究[J]. 中药材, 2005, 28(2): 152-156.
[10] 李其凤, 施慧君. 莪术药材质量控制方法的研究[J]. 中药材, 2004, 27(7): 526-527.

Studies on the Stability of *Curcuma. wenyujin* During the Storage Period

JIANG Cheng-xi^{1,2}, WANG Xiao-hui³, ZHAO Qiu-yue⁴, LI Xiao-kun²

(1. Institute of Subtropical Crop Zhejiang Province, Wenzhou, Zhejiang 325000, China; 2. Wenzhou Medical College, Wenzhou, Zhejiang 325035, China; 3. Jilin Academy of Agricultural Science, Jilin, Jilin 130124; 4. Mianyang Normal University, Mianyang Zhejiang 621000, China)

Abstract: The water content, volatile oil content and germacrone content of *Curcuma. wenyujin* in different storage times were determined in order to conserve *C. wenyujin* storage quality. The result showed that the difference of *C. wenyujin* was small when stored in ambient temperature and shady place. The storage time should less than three months in order to assure the quality of *C. wenyujin*. The water was increased and the contents of volatile oil and germacrone were decreased when stored longer than three months. The *C. wenyujin* packaged with geotextil bags was the best, and packaged with plastic bags was the worst.

Key words: *C. wenyujin*; Storage; Quality variation