

小包装中药饮片葛根质量稳定性研究

汪露露¹, 谢绚影¹, 许纪锋¹, 钱 勇^{1*}, 梅利中², 金金花²

(1. 上海佰年诗丹德检测技术有限公司, 上海 201203; 2. 上海华浦中药饮片有限公司, 上海 201203)

摘 要: **目的** 考察小包装中药饮片葛根的质量稳定性。**方法** 用2015年版《中国药典》葛根的检测方法, 先进行影响因素(高温、高湿、强光照射)试验的考察, 再采用加速试验和长期试验考察其质量稳定性。**结果** 高温 60 °C 条件: 样品性状变化明显; 高湿 RH 92.5% 条件: 水分增大明显; 强光照无明显变化。小包装中药饮片葛根在温度 40 °C、RH 75% 条件下在第 3 个月取样时发现霉变, 在温度 30 °C、RH 65% 条件下储存时间可超过 3 个月; 小包装中药饮片在温度 25 °C、RH 60 °C 条件下可储存 12 个月以上。**结论** 该研究可为小包装中药饮片葛根的保存条件和有效期提供依据。

关键词: 小包装中药饮片; 葛根; 质量稳定性; 影响因素实验; 加速实验; 长期实验

Quality stability of small package of Chinese medicine pieces of *Puerariae lobatae Radix*

WANG Lu-Lu¹, XIE Xuan-Ying¹, XU Ji-Feng¹, QIAN Yong^{1*}, MEI Li-Zhong², JIN Jin-Hua²

(1. Standard Testing Lab (shanghai) Co., Ltd., Shanghai 201203, China; 2. Shanghai Hua Pu Chinese Herbal Medicine Co., Ltd., Shanghai 201203, China)

ABSTRACT: **Objective** To investigate the quality stability of small package of Chinese medicine pieces of *Pueraria lobata Radix*. **Methods** According to the content detection method *Chinese Pharmacopoeia* (2015 edition), the different factors (high temperature, high humidity and strong light) were analyzed firstly, and then the accelerated experiment and long-term experiment were used to investigate its quality stability. **Results** Under the condition of 60 °C, sample characters were changed obviously, under the condition of RH 92.5%, water content was significantly increased, and there were no significant changes under strong light. Under the conditions of 40 °C and RH 75%, the small package of Chinese medicine pieces of *Puerariae lobatae Radix* occurred mildew and rot after 2~3 months. Under the conditions of 30 °C and RH 65%, the small package of Chinese medicine pieces of *Puerariae lobatae Radix* was valid for 3 months. Under the conditions of 25 °C and RH 60%, the small package of Chinese medicine pieces of *Puerariae lobatae Radix* could be stored for more than 12 months. **Conclusion** The study can provide the basis for the preservation conditions and validity period of small package of Chinese medicine of *Puerariae lobatae Radix*.

KEY WORDS: small package of Chinese medicine pieces; *Puerariae lobatae Radix*; quality stability; influencing factors experiment; accelerated experiment; long-term experiment

基金项目: 上海市 2014 年度生物医药领域科技支撑项目(14401903200)

Fund: Supported by Biomedical Science and Technology Support Project of Shanghai in 2014 (14401903200)

*通讯作者: 钱勇, 高级工程师, 主要研究方向为中药和健康食品的检测及化学成分研究。E-mail: Qianyong2232@163.com

*Corresponding author: QIAN Yong, Engineer, Room 103, Building 2, #720 Cailun Road, Shanghai 201203, China. E-mail: Qianyong2232@163.com

1 引言

葛根为豆科植物野葛(*Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi)的干燥根^[1]。葛根是药食同源品种之一,作为一种流通及消耗量较大的大宗药材,其储存条件的选择显得尤为重要^[2,3]。小包装中药饮片在临床的使用逐年递增^[4-6],得到了临床医生和广大患者认可^[7]。现关于小包装中药饮片稳定性研究的报道较少^[8,9],对小包装中药饮片葛根的有效期也无相关规定,目前小包装饮片是以饮片包装发展的重要趋势^[10-12]。

本文通过对小包装中药饮片葛根的贮藏条件进行改变,并通过水分含量、浸出物含量及葛根素含量等数据构建葛根饮片小包装质量评价体系,从而确定小包装中药饮片葛根的质量稳定性^[12-14]。对今后葛根药材的储存和质量评定提供一些帮助和建议,也为患者在使用小包装药材时提供一定的参考意义^[15,16]。

2 材料和方法

2.1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司); SHH-100GD 药品强光照射试验箱(重庆市永生实验仪器有限公司); LHH-0250SD 药品稳定性试验箱(上海一恒科学仪器有限公司); DZF-6020 真空干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司); DHG-9070A 鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司)粉碎机。

葛根素对照品(批号:110752-201313,中国食品药品检定研究院);小包装中药饮片葛根药材来自上海华浦中药饮片有限公司;甲醇(色谱纯)、乙醇(分析纯)(上海泰坦科技股份有限公司);水为实验室自制超纯水。

2.2 不同物质含量测定方法

2.2.1 水分含量测定

取葛根药材粉末(过二号筛)约 2 g,平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过 5 mm,疏松供试品不超过 10 mm,精密称定,开启瓶盖在 105 ℃干燥 5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,放冷 30 min,精密称定,再在上述温度干燥 1 h,放冷,称重,至连续 2 次称重的差异不超过 5 mg 为止。根据减失的重量,计算供试品中含水量(%)。

2.2.2 浸出物含量测定

取葛根药材粉末(过二号筛)约 2 g,精密称定,置 100 mL 的锥形瓶中,精密加稀乙醇 50 mL,密塞,称定重量,静置 1 h 后,连接回流冷凝管,加热至沸腾,并保持微沸 1 h。放冷后,取下锥形瓶,密塞,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,用干燥滤器滤过,精密量取滤液 25 mL,置已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于

105 ℃干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定重量。计算供试品中醇溶性浸出物的含量(%)。

2.2.3 葛根素含量测定

(1)色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: ZORBAX SB-C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm);流动相: 甲醇:水(25:75, V:V);检测波长为 250 nm;流速: 1 mL/min;柱温: 30 ℃;进样量: 10 μL 理论板数按葛根素峰计算应不低于 4000。

(2)对照品溶液的制备

取葛根素对照品适量,精密称定,加 30%乙醇制成每 1 mL 含 80 μg 的溶液,即得。

(3)供试品溶液的制备

取葛根药材粉末(过三号筛)约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 30%乙醇 50 mL,称定重量,加热回流 30 min,放冷,再称定重量,用 30%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

(4)测定方法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.3 稳定性试验

2.3.1 影响因素试验

(1)高温实验

取 3 个批次的小包装中药饮片葛根,在温度 60 ℃,相对湿度(relative humidity, RH) 60%±10%条件下放置 10 d,于 0、10 d 取样按上述 2.2 方法检测。

(2)高湿实验

取 3 个批次的小包装中药饮片葛根,在温度 (25±2) ℃、RH 92.5%条件下放置 10 d,于 0、10 d 取样按上述 2.2 方法检测。

(3)强光照射实验

取 3 个批次的小包装中药饮片葛根,在 4500 lx、(25±2) ℃、RH 60%±10%条件下放置 10 d,于 0、10 d 取样按上述 2.2 方法检测。

2.3.2 加速试验

加速试验一般在温度(40±2) ℃、RH 75%±5%条件下试验,在试验期间第 0、1、2、3 个月末取样检测。若样品检验不符合质量标准要求或发生显著变化,则应在中间条件下,即在温度(30±2) ℃、RH 65%±5%条件下进行试验。

取不同批次葛根饮片,在温度 40 ℃、RH 75%条件下进行试验,于 0、1、2、3 个月末取样检测,按上述测定方法 2.2 检测。

2.3.3 长期试验

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,本实验是取 3 批小包装中药饮片葛根样品在温度 25 ℃、RH 60%条件下,分别于 0、3、6、9、12 个月末取样按上述 2.2 方法检测。

3 结果与分析

3.1 高温对小包装中药饮片影响

高温试验下葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 1。由表 1 可知,小包装中药饮片葛根的水分含量、浸出物含量及葛根素含量在高温 60 ℃条件下几乎无影响但样品性状会发生改变,颜色变深。

3.2 高湿对小包装中药饮片影响

高湿试验下葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 2。由表 2 可知,小包装中药饮片葛根的水分含量在高湿 RH 92.5%条件下会明显增大,浸出物含量及葛根素含量无明显变化。

3.3 强光照射对小包装中药饮片影响

强光照射试验葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 3。实验表明:小包装中药饮片葛根的水分含量、浸出物含量及葛根素含量在强光照条件下几乎无影响。

3.4 加速实验

加速试验(40 ℃,RH 75%)葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 4,由表 4 可知,在温度 40 ℃、RH 75%条件下进行试验至第 4 个取样节点(2~3 月)发现饮片已经霉变。改变条件调整温湿度,在温度 30 ℃、RH 65%条件下进行试验。

加速试验(30 ℃、RH 65%)葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 5。由表 5 可知,在温度 40 ℃、RH 75%

表 1 高温试验下葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 1 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under high temperature test

条件	批号	时间(d)	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
高温	1	0	9.5	≤14	34.8	≥20.0	3.5	≥2.4
		10	9.7		33.4		3.2	
	2	0	9.3		32.1		3.2	
		10	9.4		30.8		3.3	
	3	0	9.2		33.4		3.1	
		10	9.5		31.6		3.2	

表 2 高湿试验下葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 2 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under high humidity test

条件	批号	时间(d)	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
高湿	1	0	9.5	≤14	34.8	≥20.0	3.5	≥2.4
		10	10.5		32.3		3.1	
	2	0	9.3		32.1		3.2	
		10	11.0		30.6		3.2	
	3	0	9.2		33.4		3.1	
		10	10.8		31.8		2.9	

表 3 强光照射试验葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 3 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under strong light irradiation test

条件	批号	时间(d)	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
强光照射	1	0	9.5	≤14	34.8	≥20.0	3.5	≥2.4
		10	9.2		32.7		3.3	
	2	0	9.3		32.1		3.2	
		10	9.5		33.2		3.3	
	3	0	9.2		33.4		3.1	
		10	9.0		32.9		3.5	

表 4 加速(40 ℃, RH 75%)试验葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 4 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under accumulation experiment (40 ℃, RH 75%)

批号	时间(d)	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
1	0	8.27	≤14	25.51	≥20.0	3.08	≥2.4
	30	9.54		24.29		2.99	
	60	9.42		21.86		3.04	
2	0	9.00		22.40		2.62	
	30	9.72		23.30		3.00	
	60	9.80		22.53		3.07	
3	0	8.99		22.62		2.55	
	30	10.00		21.82		2.95	
	60	9.83		22.25		2.93	

表 5 加速试验(30 ℃, RH 65%)葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 5 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under accumulation experiment (30 ℃, RH 65%)

批号	时间	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
1	1 个月	8.79	≤14	20.89	≥20.0	2.99	≥2.4
	2 个月	9.42		24.29		3.04	
	3 个月	8.79		21.86		2.48	
2	1 个月	9.49		21.97		3.00	
	2 个月	9.80		23.30		3.07	
	3 个月	9.49		22.53		3.13	
3	1 个月	9.33		22.27		2.95	
	2 个月	9.83		21.82		2.93	
	3 个月	9.33		22.25		3.17	

表 6 长期试验葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果

Table 6 Determination results of water content, extract and puerarin content of *Pueraria lobata* Radix under long-term experiment

批号	时间(月)	水分含量(%)	药典标准(%)	浸出物含量(%)	药典标准(%)	葛根素含量(%)	药典标准(%)
1	0	10.3	≤14	24.18	≥20.0	2.99	≥2.4
	3	10.4		23.61		3.04	
	6	10.4		23.36		2.48	
	9	10.6		23.22		2.45	
	12	10.8		23.35		2.40	
2	0	10.5		22.94		3.00	
	3	9.2		23.95		3.07	
	6	10.2		22.49		3.13	
	9	10.1		24.40		3.20	
	12	10.3		24.41		3.01	
3	0	9.9		25.74		2.95	
	3	10.3		23.60		2.93	
	6	9.9		23.57		2.99	
	9	10.2		23.81		3.17	
	12	10.3		23.77		3.11	

条件下,小包装药材饮片葛根较容易吸潮发生霉变,在温度 30 ℃、RH 65%条件下水分、浸出物及葛根素含量在 3 个月内均符合药典标准要求,质量稳定。

3.5 长期试验

长期试验葛根的水分、浸出物、葛根素含量测定结果见表 6。实验表明:在温度 25 ℃、RH 60%条件下放置 12 个月,

小包装中药饮片葛根的水分含量、浸出物含量及葛根素含量符合药典标准的要求,小包装中药饮片葛根的有效期可达到12个月以上。

4 结 论

小包装中药饮片葛根不易在高温、高湿条件下保存。葛根的储存条件应在温度30℃、RH 65%条件或以下。在温度25℃、RH 60%条件下储存的小包装中药饮片葛根的质量稳定性超过12个月。通过小包装中药饮片葛根的水分含量、浸出物含量及葛根素含量的稳定性研究,为其储存条件和有效期的制定提供了科学依据。

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.
Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China (the First Volume) [M]. Beijing: Chinese Medical Science and Technology Press, 2015.
- [2] 付文娇, 卞丽, 赵臻. 中医医院小包装中药饮片推广使用情况分析[J]. 数理医药学杂志, 2012, 25(2): 192–194.
Fu WJ, Bian L, Zhao Z. The analysis of the promotion and the use of small package of Chinese herbal medicine of Chinese medicine hospitals [J]. J Math Med, 2012, 25(2): 192–194.
- [3] 侯玉婷, 杨明华, 顾维钧, 等. 小包装中药饮片的利弊分析及发展对策[J]. 中医药导报, 2016, 22(7): 73–76.
Hou YT, Yang MH, Gu WJ, et al. Analysis on the advantages, disadvantages and countermeasures of small package of Chinese herbal pieces [J]. Guid Tradit Chin Med Pharm, 2016, 22(7): 73–76.
- [4] 钟凌云, 马冰洁. 葛根饮片包装贮藏方法及其质量评价研究[J]. 江西中医药, 2014(4): 59–62.
Zhong LY, Ma BJ. Study on storage method and quality evaluation of puerarin tablet packaging [J]. Jiangxi J Tradit Chin Med, 2014(4): 59–62.
- [5] 盛蓉, 王聪颖, 易远红, 等. 5种小包装中药饮片在贮存期间的质量变化与分析[J]. 中国医院药学杂志, 2015, 35(9): 841–845.
Sheng R, Wang CY, Yi YH, et al. Analysis on quality changes of decoction pieces in five small packages during storage life [J]. Chin J Hosp Pharm, 2015, 35(9): 841–845.
- [6] Zhou QL, Wang YF, Yang DH, et al. Identification of the absorptive constituents and their metabolites *in vivo* of *Puerariae Lobatae* Radix decoction orally administered in WZS-miniature pigs by HPLC-ESI-Q-TOFMS [J]. Biomed Chromatogr, 2013, 27(9): 1208–1218.
- [7] Wang S, Cheng L, Shen J, et al. Simultaneous determination of seventeen mycotoxins residues in *Puerariae lobatae* Radix by liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. J Pharm Biomed Anal, 2014, 98(10): 201–209.
- [8] Fu W. The analysis of the promotion and the use of small package of Chinese herbal medicine of Chinese medicine hospitals [J]. J Math Med, 2012, 25(2): 70–72.
- [9] Wang FR, Zhang Y, Yang XB, et al. Rapid determination of 30 polyphenols in tongmai formula, a combination of *Puerariae Lobatae* Radix, *Salviae Miltiorrhizae* Radix et *Rhizoma*, and *Chuanxiong Rhizoma*, via liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. Molecules, 2017, 22(4): 545–554.
- [10] Wong KH, Li GQ, Li KM, et al. Optimisation of pueraria isoflavonoids by response surface methodology using ultrasonic-assisted extraction [J]. Food Chem, 2017, 231: 231–237.
- [11] Ren P, Guan S, Tan H, et al. Meropenem bulk drug, preparation method thereof and pharmaceutical composition containing same: WO, WO/2014/019282 [P]. 2014.
- [12] Xue S, Wen HM, Cui XB, et al. Qualitative evaluation of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* from different habitats by HPLC-PDA fingerprint combined with UFLC-Q-TOF/MS qualitative identification [J]. Chin Tradit Herb Drugs, 2016, 47(19): 3494–3501.
- [13] Chen YQ, Liu DH. Effects of Puerarin on the expression of nuclear factor- κ B in rats after global cerebral ischemia/reperfusion [J]. Chin J Integr Tradit Western Med Intens Crit Care, 2004, 11(1): 21–24.
- [14] Zhang G, Guo X, Wang S, et al. Screening and identification of natural ligands of tyrosinase from *Pueraria lobata* Ohwi by combination of ultrafiltration and LC-MS [J]. Anal Methods, 2017, 33(9): 4858–4862.
- [15] Im DY, Pyo BS, Kim SM, et al. Measurement of the anti-oxidative properties of extract from medicinal plants using an on-line HPLC-DPPH assay [J]. J Life Sci, 2017, 27(1): 44–49.
- [16] Tatsuzawa F, Tanikawa N, Nakayama M. Red-purple flower color and delphinidin-type pigments in the flowers of *Pueraria lobata* (Leguminosae) [J]. Phytochemistry, 2017, 137: 52–56.

(责任编辑: 姜 珊)

作者简介



汪露露, 主要研究方向为中药和健康食品的检测及化学成分研究。
E-mail: wangll@nature-standard.com



钱 勇, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为中药和健康食品的检测及化学成分研究。
E-mail: Qianyong2232@163.com