·中药商业·

白术饮片不同贮藏条件包装材料和包装方式的比较研究△

钟荣荣，范亚楠，孙晓丛，田壮，邓哲，杜杰，陈彦琳，周海燕*
中国中药有限公司，北京　102600

［摘要］ **目的：**确定白术饮片的储藏条件、年限及最佳包装，为饮片的保管与使用提供依据。**方法：**分别用牛皮淋膜纸袋、塑料袋、塑料袋真空密封、铝塑袋、铝塑复合袋真空密封，存放于阴凉库和药品稳定性试验箱（40 ℃，湿度 75%）中，开展为期 6 个月的阴凉稳定性和加速稳定性试验，观察性状，分别测定水分、浸出物、挥发油、白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ及总量的变化情况，考察温湿度、包装对白术饮片各指标的影响。**结果：**阴凉稳定性试验中，各包装白术饮片外观性状无明显变化；加速稳定性试验中，部分样品出现发霉、变软现象。水分均呈上升趋势。浸出物和挥发油含量基本保持不变。从白术内酯含量来看，在阴凉库环境下，白术内酯Ⅰ含量小幅度下降，白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ含量先下降后平缓，总和下降后趋于平缓；在高温高湿环境下，白术内酯Ⅰ含量小幅度下降，白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ含量先下降后趋于平缓后上升，总和先下降后上升。通过气质联用，5 种包装中均未发现白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ的残留，但塑料、真空塑料、铝塑复合袋、牛皮淋膜纸袋 4 种包装上均有苍术酮的残留。**结论：**白术受湿度影响大，受温度影响相对较小，最适宜的包装为铝塑复合袋真空或非真空形式。

［关键词］ 白术饮片；包装材料；包装方式；贮藏条件；加速稳定性试验
［中图分类号］ R282　［文献标识码］ A　［文章编号］ 1673-4890(2020)06-0941-07
doi:10. 13313/j. issn. 1673-4890. 20190815005

Comparative Study on Different Storage Conditions Packaging Materials and Packaging Methods of Atractylodes Macrocephala Slices Decoction Pieces

ZHONG Rong-rong, FAN Ya-nan, SUN Xiao-cong, TIAN Zhuang,
DENG Zhe, DU Jie, CHEN Yan-lin, ZHOU Hai-yan*
China National Traditional Chinese Medicine Co., Ltd., Beijing 102600, *China*

［**Abstract**］ **Objective**: To ensure the storage condition, life limit and the best packing methods of Atractylodes macrocephala slices. **Methods**: Atractylodes macrocephala slices were packed in kraft paper bags, plastic bags, vacuum sealed plastic bags, aluminum plastic bag, vacuum sealed aluminum plastic composite bags separately, and stored in a cool warehouse and a drug stability test chamber (40 ℃, humidity 75%), to carry out a six-month long shade stability and accelerated stability tests, in which characters were observed, the changing situation of the amount of water, extractum, essential oil, atractylodes lactone Ⅰ, Ⅱ, Ⅲ and the whole content were measured. With which, the influences on each index of the Atractylodes macrocephala slices that caused by temperature and humidity, packaging were tested. **Results**: In the shade stability test, there was no obvious change in the characters of any packaged Atractylodes macrocephala slices. In the accelerated stability test, some samples became moldy and soft. The water content was all on the rise. The contents of extractum and volatile oil basically remained unchanged. Judging from the content of atractylodes lactone, in a cool storage environment, the content of atractylactone Ⅰ decreased slightly, the content of atractylactone Ⅱ and Ⅲ decreased first, then gradually, and then the total decreased and then became gentle. The content of ester Ⅰ decreased, and the content of atractylodes Ⅱ and Ⅲ decreased first, then flattened and then increased, and the total decreased first and then increased. With the GC-MS method, atractylodes lactone Ⅰ, Ⅱ, Ⅲ residues were not found in any kind of pakings, while atractylon

△［基金项目］ 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-ZY-45)；北京市科技计划课题(Z171100001717028)
*［通信作者］ 周海燕，副主任中药师，研究方向：中药健康产品研发和中药质量标准研究；Tel：(010)89259579，E-mail：zhouhaiyan23@ aliyun. com

residues were found in the packings of plastic bags, vacuum sealed plastic bags, aluminum plastic bag, and kraft paper bags. **Conclusion**: atractylodes slices are influenced greatly by humidity, and relatively slightly by temperature. The best packaging of atractylodes slices are aluminum plastic bag, vacuum sealed aluminum plastic composite bags.

[**Keywords**] Atractylodes macrocephala slices; packing material; packing methods; storage condition; accelerated stability test

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎，主要含挥发油、内酯类和多糖类成分，具有健脾益气、燥湿利水、固表止汗、安胎之功效，主产于浙江、安徽、淮北、皖南等地[1]。白术的主要有效成分为挥发油和白术多糖[2]。其中白术内酯类中的成分——白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ具有抗炎、抗癌的作用[3-4]。中药的贮藏保管与中药的质量、临床疗效、经济和社会效益都密切相关[5]，包装材料可引起活性成分的迁移，吸附甚至发生化学反应，使药物失效等，饮片包装有防潮、防虫、方便运输和销售的作用。本实验通过影响因素试验以及加速试验，考察 5 种包装材料下白术饮片各个指标的变化，进行质量标准研究，并对包装中能否吸附白术饮片的有效成分进行了初步分析。为白术饮片选取合适的包材及修订贮存条件提供依据。

1　仪器与试药

1.1　仪器

美国 Waters E2998-2695 高效液相色谱仪；XS205DU 电子天平（瑞士 METTLER-TOLEDO 公司）；实验室超纯水机（REFERENCE，默克密理博公司）；数显水浴锅（常州国华电器有限公司）。

1.2　试药

白术片（四川新荷花中药饮片股份有限公司，批号：1706052，生产日期为 2017-06-16）。

乙腈（Fisher，色谱纯）；甲醇（北京化学试剂厂，分析纯）；白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ（中国食品药品检定研究院，批号分别为：111975-201501、111976-201501、111978-201501）

2　方法与结果

2.1　方法

白术样品分别采用塑料袋包装（S）、塑料袋真空包装（ZS）、铝塑复合袋包装（L）、铝塑复合袋真空包装（ZL）、牛皮淋膜纸袋包装（N），每袋 100 g 样品。将上述不同包装的样品分为 2 组，一组置于药品稳定性试验箱中［温度为（40 ± 2）℃、相对湿度（75 ± 5）%］，开展加速稳定性试验研究；另一组置于北京华邈药业有限公司阴凉库中（温度≤20 ℃，相对湿度 45% ~75%），开展阴凉长期稳定性试验研究。加速稳定性试验组分别在贮藏时间 0、1、2、3、6 个月的月末取样，阴凉稳定性试验组在贮藏时间 0、3、6 个月的月末取样，取样后均按照 2015 年版《中华人民共和国药典》（以下简称《中国药典》）进行性状、水分、浸出物、白术内酯总量[6]、挥发油检测。试验起止时间：2018 年 5 月—2018 年 11 月。结果见表 1 ~2。

表 1　白术片阴凉稳定性试验

项目	标准要求	包装袋	0 个月	3 个月	6 个月
性状	本品呈不规则的厚片。外表皮灰黄色或灰棕色。切面黄白色至淡棕色，散生棕黄色的点状油室，木部具放射状纹理；烘干者切面角质样，色较深或有裂隙。气清香，味甘、微辛，嚼之略带黏性。	S	符合标准要求	符合标准要求	符合标准要求
		ZS			
		L			
		ZL			
		N			
检查	水分≤15.0%	S	9.1	11.5	12.1
		ZS		10.1	10.6
		L		10.3	10.9
		ZL		10.4	10.7
		N		13.0	13.5
浸出物	用 60% 乙醇作溶剂，不得少于 35.0%	S	37.09	36.1	35.4
		ZS		39.1	36.1
		L		36.8	36.4
		ZL		36.6	38.2
		N		35.1	36.6
挥发油	不得少于 0.83%	S	1.01	1.40	1.00
		ZS		0.90	0.80
		L		1.40	1.10
		ZL		1.50	1.10
		N		1.20	0.90
含量测定	白术内酯总量（白术内酯Ⅰ + 白术内酯Ⅱ + 白术内酯Ⅲ）不得少于 0.010%	S	0.279	0.198	0.215
		ZS		0.236	0.231
		L		0.198	0.225
		ZL		0.196	0.210
		N		0.163	0.231

表 2　白术片加速稳定性试验

项目	标准要求	包装袋	0 个月	1 个月	2 个月	3 个月	6 个月
性状	本品呈不规则的厚片。外表皮灰黄色或灰棕色。切面黄白色至淡棕色，散生棕黄色的点状油室，木部具放射状纹理；烘干者切面角质样，色较深或有裂隙。气清香，味甘、微辛，嚼之略带黏性。	S	符合标准要求	符合标准要求	变软	部分发霉(7.2%)	发霉(48.7%)
		ZS		符合标准要求	变软	变软	变软
		L		符合标准要求	符合标准要求	符合标准要求	符合标准要求
		ZL		符合标准要求	符合标准要求	符合标准要求	符合标准要求
		N		符合标准要求	发霉(13.3%)	发霉(38.4%)	发霉(62.1%)
检查	水分≤15.0%	S	9.1	9.6	14.8	15.9	16.3
		ZS		9.9	13.2	14.7	15.2
		L		8.4	10.1	10.7	11.6
		ZL		8.8	10.4	10.9	11.7
		N		12.9	16.6	17.4	17.9
浸出物	用 60% 乙醇作溶剂，不得少于 35.0%	S	37.09	21.3	35.4	36.7	32.2
		ZS		19.5	44.2	39.6	38.2
		L		22.4	48.8	38.2	36.6
		ZL		35.3	37.2	33.9	37.3
		N		30.1	48.4	44.4	36.2
挥发油	不得少于 0.83%	S	1.01	0.80	0.80	1.10	1.00
		ZS		0.90	0.90	1.10	1.00
		L		1.00	1.10	1.40	0.90
		ZL		0.90	0.90	1.00	0.90
		N		0.60	0.90	1.20	0.70
含量测定	白术内酯总量 = 白术内酯Ⅰ + 白术内酯Ⅱ + 白术内酯Ⅲ，不得少于 0.010%	S	0.279	0.164	0.177	0.209	0.281
		ZS		0.177	0.265	0.217	0.272
		L		0.154	0.191	0.227	0.221
		ZL		0.212	0.147	0.211	0.210
		N		0.145	0.201	0.207	0.196

2.2　结果分析

2.2.1　性状　阴凉稳定性试验中，6 个月内各包装白术饮片外观性状无明显变化，见图 1。加速稳定性试验中，从贮藏 2 个月起，N 中样品出现发霉，发霉率为 13.3%，S 和 ZS 样品变软，见图 2；至 3 个月时，S 出现部分发霉，发霉率为 7.2%，N 发霉，发霉率为 38.4%，ZS 变软，见图 3；至 6 个月时，S 和 N 发霉严重，S 发霉率为 48.7%，N 发霉率为 62.1%，ZS 变软，见图 4。L 和 ZL 的样品 6 个月内外观性状基本无明显变化。

图 1　阴凉稳定性试验样品性状(6 个月)

图 2　加速稳定性试验样品性状(2 个月)

图 3　加速稳定性试验样品性状(3 个月)

图 4　加速稳定性试验样品性状(6 个月)

2.2.2　水分　从水分含量变化来看，均呈现上升趋势。见图 5。在阴凉库环境下，白术片所含水分含量上升幅度较小，水分值均在《中国药典》规定的不得超过 15.0% 内。由图 6 可知，在高温高湿环境下，水分含量上升幅度较大。从 5 种不同的包装来看，不同包装袋中样品水分的含量顺序为 N > S > ZS > ZL≈L，可见牛皮纸袋和塑料袋透气性强、防潮性弱，在高湿环境下，不宜采用。

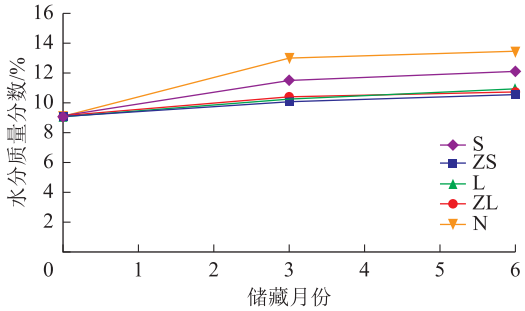

图 5　白术片阴凉稳定性试验水分变化

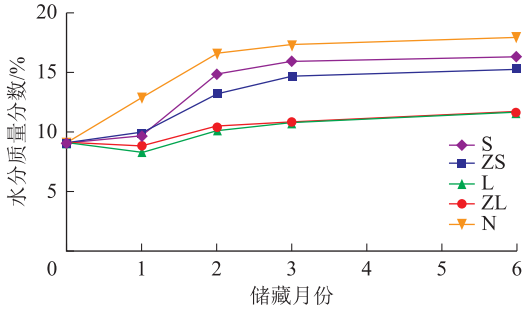

图 6　白术片加速稳定性试验水分变化

2.2.3　浸出物　从浸出物结果来看，基本保持不变。由图 7 可知，在阴凉库环境下，白术片所含浸出物含量变化幅度较小。由图 8 可知，在高温高湿环境下，浸出物含量变化的波动幅度较大，说明高温高湿环境对浸出物是有影响的。从 5 种不同的包装来看，阴凉环境下，包装对浸出物的含量没有较大的影响。高温高湿环境下，样品中浸出物含量的顺序为 ZS > ZL > L > N > S，可见牛皮纸袋和塑料袋的包装效果最差，白术片的浸出物受影响大。

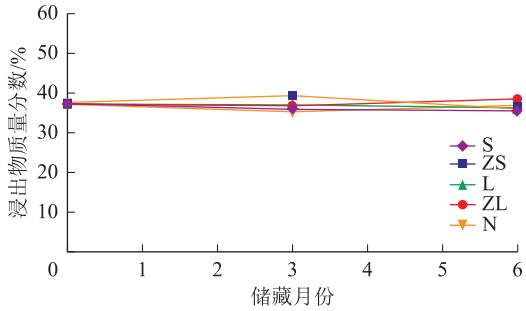

图 7　白术片阴凉稳定性试验浸出物变化

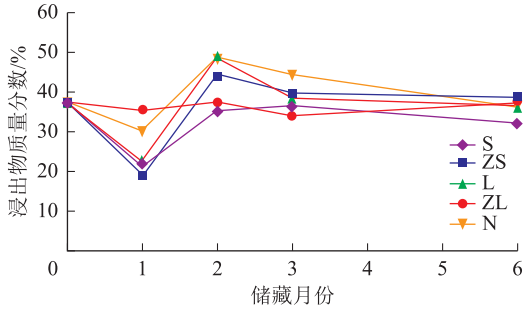

图 8　白术片加速稳定性试验浸出物变化

2.2.4　挥发油　从挥发油含量变化来看，阴凉环境或高温高湿环境对挥发油影响不大。从 5 种不同的包装来看，阴凉环境下，样品中挥发油含量顺序为 ZL > L > S > N > ZS。高温高湿环境下，L > ZS > S > ZL > N，其中牛皮纸包装的效果最差。见图 9 ~ 10。

2.2.5　含量测定　实验结果显示，白术片在阴凉库环境下，白术内酯Ⅰ含量小幅度下降，白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ含量先下降后趋于平缓，总和呈小幅度下降后趋于平缓趋势，各包装条件下白术内酯总和

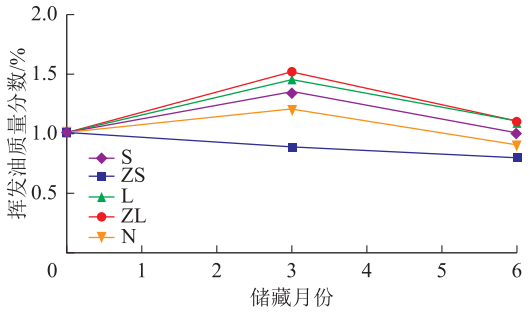

图 9　白术片阴凉稳定性试验挥发油变化

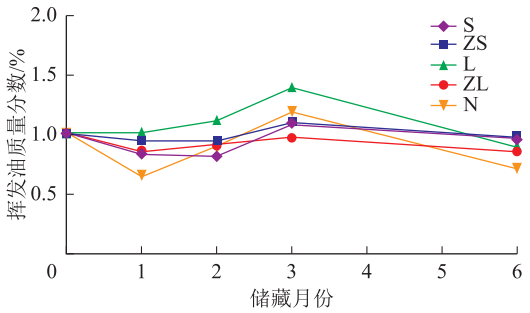

图 10　白术片加速稳定性试验挥发油变化

含量变化趋势一致。见图 11、13、15、17。

白术片在高温高湿环境下，白术内酯Ⅰ含量小幅度下降，白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ含量先下降后趋于平稳后上升，总和呈先下降后上升的趋势，牛皮纸袋、铝塑袋真空和非真空包装条件下白术内酯总和含量变化趋势基本一致。见图 12、14、16、18。

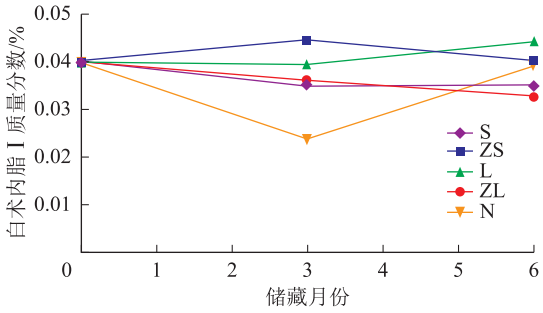

图 11　白术片阴凉稳定性试验白术内酯Ⅰ含量变化

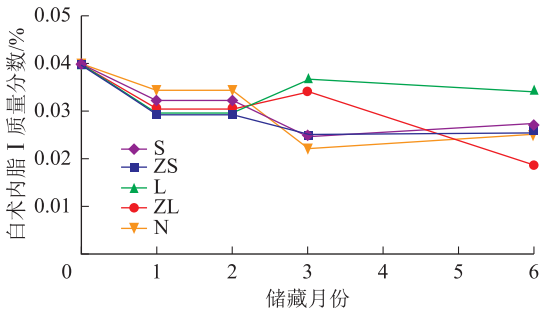

图 12　白术片加速稳定性试验白术内酯Ⅰ含量变化

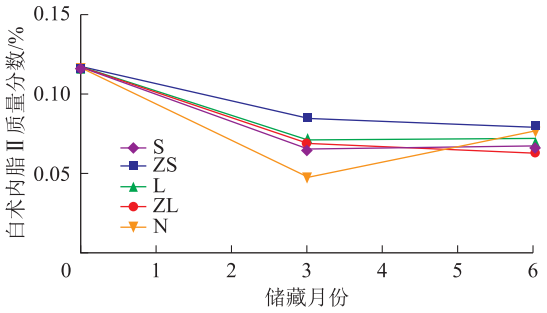

图 13　白术片阴凉稳定性试验白术内酯Ⅱ含量变化

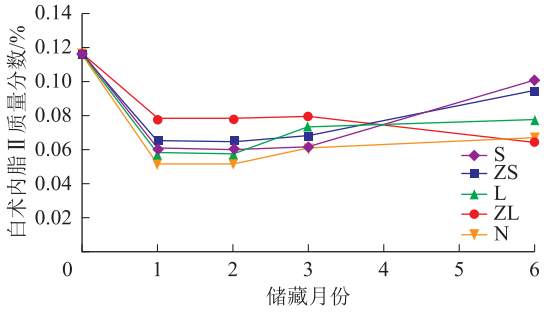

图 14　白术片加速稳定性试验白术内酯Ⅱ含量变化

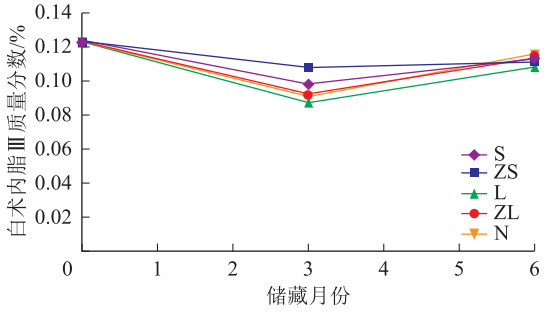

图 15　白术片阴凉稳定性试验白术内酯Ⅲ含量变化

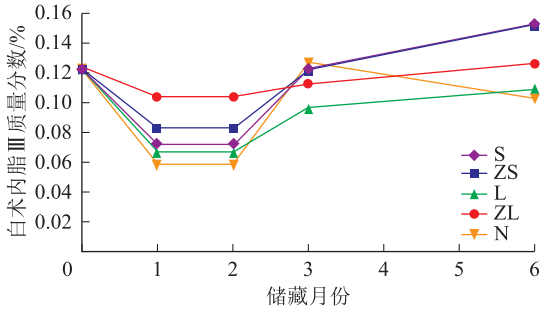

图 16　白术片加速稳定性试验白术内酯Ⅲ含量变化

2.2.6　气质联用　测定 5 种包装中白术有效成分的残留　通过气质联用，分别测定了 5 种包装中白术有效成分是否有残留，5 种包装中均未发现白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ的残留，通过化合物指认，塑料、真空塑料、铝塑复合袋、牛皮淋膜纸袋 4 种包装上均有苍术酮的残留。

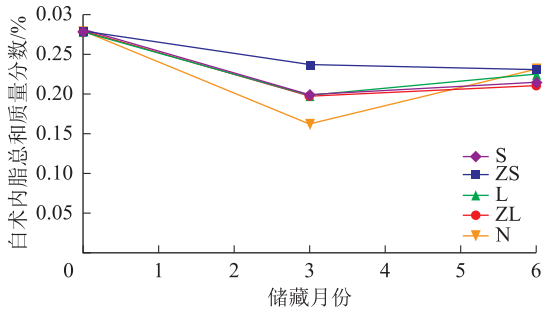

图 17　白术片阴凉稳定性试验白术内酯总和含量变化

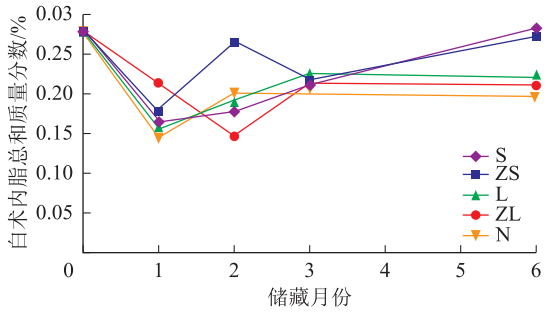

图 18　白术片加速稳定性试验白术内酯总和含量变化

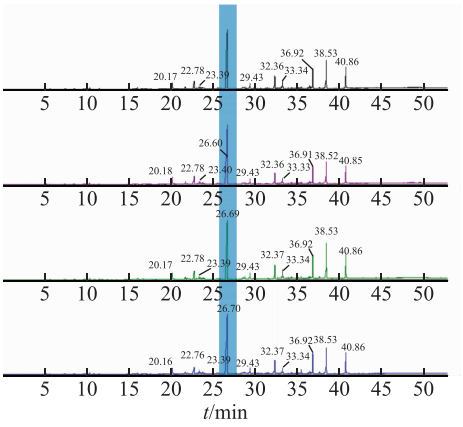

图 19　用牛皮淋膜纸袋、铝塑袋、塑料袋真空密封、塑料袋包装的白术饮片的气质联用结果

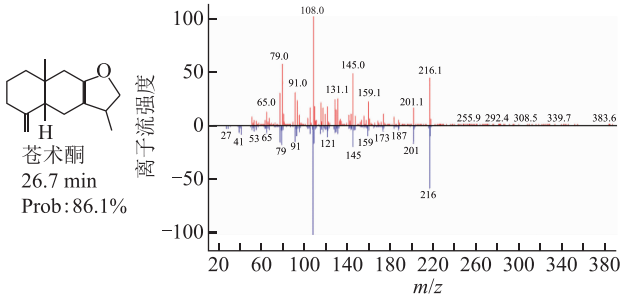

图 20　苍术酮的气质联用结果

3　结论

综合性状、水分、浸出物、挥发油以及白术内酯总量结果，白术受湿度影响大，受温度影响相对较小。白术片适合的内包装顺序为铝塑复合袋(密封/真空) > 塑料袋真空 > 塑料袋 > 牛皮淋膜纸袋，最适宜的包装为铝塑复合袋真空或非真空形式；白术药材包装较简陋，常采用塑料编织袋包装，几乎未采用密封方式，故阴凉贮藏过程中，在高温高湿季节，贮藏环境湿度控制在 60% 以内较适宜，同时密切关注白术药材水分含量。针对南方多雨季节，建议药材采购后趁早加工成饮片，铝塑袋包装。且白术由于含有挥发性成分，若包装材料防穿透性不强、密封性差易造成挥发性成分的损失，铝塑复合袋(真空)更有利于白术中挥发性成分的保存。

4　讨论

4.1　水分的影响

包装材料在控制中药材及饮片含水量的效果上存在差异，其根本原因是包装材料的水蒸气渗透性能的差异。高翠玲等[7]通过测定其水蒸气透过量，从热力学角度分析包装材料的水蒸气透过性与其种类、内部结构、厚度、环境温度、材料两侧水蒸气压力差(或湿度差)有关。不同种类的包装材料，水蒸气在其内部的扩散机理也有所不同，中药材及饮片含水量也会不同，5 种不同的包装来看，不同包装袋中样品水分的含量顺序为 N > S > ZS > ZL ≈ L，可见牛皮纸袋和塑料袋透气性强，防潮性弱。

除此之外，受储存环境温湿度的影响很大，在不同的温湿度条件下，水蒸气在单位时间和单位面积透过包装材料的量有很大差别。在阴凉库环境下，白术片所含水分上升幅度较小，在高温高湿环境下，水分含量上升幅度较大。

4.2　挥发性成分

包装对于挥发性成分来说尤其重要。花椒在贮藏前得到合适的前处理有助于其有效成分的保留[8]，宋莹莹[9]分别使用铝箔包装袋、透明包装袋进行真空包装(真空度 0.085 MPa)，花椒贮藏一定时间后，借助高效液相色谱法分析，结果发现麻味物质保留最好的包装方式是铝箔真空包装。杨继宏等[10]试验结果证明，如果短期贮藏(6 个月内)，塑料袋包装的盐益智饮片，其挥发油含量降低趋势较平缓，与真空包装比较差异无统计学意义，且更加经济、方便；如果长期贮藏(6 个月以上)，则应选择真空包装，以减少其挥发油散失，更有利于保证其质量与

疗效。白术含有挥发性成分，其挥发油亦是重要指标之一，由图 18、19 可看出，牛皮纸包装的效果最差，铝塑复合袋真空或非真空形式效果最好。

4.3　中药饮片包装材料的选材要点

白术的主要产地为江苏、浙江、福建等高湿地区，建议采用阻湿性较好的材料密封包装，减少外界水蒸气的渗入导致的潮解和霉变问题。同时，高温环境容易使密封包装内饮片的水分蒸发，冷凝在包装材料的内部，加速霉变，因此，密封的中药饮片在贮藏期间应尽量保持环境凉爽。从白术药材及饮片的加速试验中可看出，在高温高湿条件下，白术最适宜的包装为铝塑复合袋真空或非真空形式。

4.4　贮存规范化

中药材及饮片在运输、贮藏过程中，由于外界条件和中药自身性质的原因，其很可能发生一些物理及化学变化，处理不当会出现霉变、虫蛀、走油、发芽等现象，直接影响中药材及饮片的质量和疗效。因此，中药材及饮片的储藏也是关键环节之一，其置放的仓库应该有足够的面积，并具备控温、控湿、通风、防潮、防虫、防尘等设备，定期做好检查及养护工作，为中药材及饮片的临床使用提供保障。本文针对白术来说，阴凉贮藏过程中，在高温高湿季节，贮藏环境湿度控制在 60% 以内较适宜，同时应密切关注白术药材水分含量。

4.5　包装标准化

大部分企业都把《中国药典》默认为包装饮片的封装标准，包装后的药材和饮片处于密封的环境中，密封环境和特定包装使得包装饮片更加洁净、完整，保质期相对延长，饮片储运更加便利，但密闭包装不利于散湿、散热，保管不善则更易发生霉变、虫蛀、物质析出等变质现象。因此，企业在封装饮片时应有一套针对包装饮片的质量标准，尤其是对一些与封装环境密切相关的指标如含水量等，限量要求应比普通饮片更加严格。

4.6　包材与饮片的相容性问题

不同包装，对药材的保存和有效成分的保留等方面均有影响，其中塑料包材通透性较差，到高温或高湿季节，饮片袋内常发生变色、酸败、泛油等变质现象，某些糖分含量高的饮片和蜜炙饮片则更易霉烂。中药材与包装直接接触，还会出现有机成分互溶和渗透，造成饮片安全隐患[11]。白术挥发油中苍术酮量最高，约 61%[12]，容易受光照、温度以及 pH 的影响氧化分解，转化成白术内酯[13]。本文通过气质联用，分别测定了 5 种包装中白术有效成分是否有残留，由图 19、20 可看出 5 种包装中均未发现白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ的残留，通过化合物指认，塑料、真空塑料、铝塑复合袋、牛皮淋膜纸袋 4 种包装上均有苍术酮的残留。包装材料本身有可能也会有蒸发残渣、重金属、溶剂残留等问题，后续可进行继续研究。

参考文献

[1] 寿旦,俞忠明,章建民. 白术高效液相色谱指纹图谱的建立及种源差异分析[J]. 中华中医药杂志,2010,25(3):466-469.

[2] 陈鸿平,潘欢欢,张鑫,等. GC-MS 结合 AMDIS 和保留指数研究不同炮制火候麸炒白术挥发性成分动态变化规律[J]. 中国中药杂志,2016,41(14):2646-2651.

[3] ENDO K,TOGUCHI T,TOGUCHI F,et al. Antinflammatory principles of Atractylodes rhizomes[J]. Chem Pharm Bull,1983,46(5):651-654.

[4] TANG D F,HAO Y H,LIU Z Y,et al. The constituents of the essential oil from rhi-zome of the essential oil from rhi-zome of Atractylodes macroce phalaproduced in Pingjiang and their anti-tumor effect[J]. Chin Pharm Bull,1984,19(9):43.

[5] 杨磊,朱青,曹臣. 中药材储藏过程中的质量变化及其影响因素[J]. 湖南中医杂志,2012,26(6):95-97.

[6] 费莹,王娜妮,李洪玉,等. 炮制工艺对白术挥发油组成及 3 种白术内酯含量的影响研究[J]. 中华中医药学刊,2016,34(2):418-420.

[7] 高翠玲,范珺. 中药包装材料的透湿性控制和选材要点[J]. 中国包装,2016,6:41-43.

[8] 司昕蕾,边甜甜,牛江涛,等. 花椒贮藏研究进展[J]. 中兽医医药杂志,2017,36(6),29-31.

[9] 宋莹莹. 花椒贮藏过程中麻味物质含量降低机理的初步研究[D]. 重庆:西南大学,2014.

[10] 杨继宏,何颖,邹爱英,等. 不同包装方式对盐益智挥发油含量的影响[J]. 时珍国医国药,2017,28(6),1486-1487.

[11] 陈志珍. 影响中药饮片质量的因素[J]. 中国当代医药,2013,20(35):22-23.

[12] 孙林芳,朱莹,贺嵩敏,等. 白术挥发油的质量标准研究[J]. 山东中医药大学学报,2015,39(4):372-376.

[13] 李玲辉,窦德强. 白术挥发油中苍术酮的稳定性研究[J]. 世界科学技术—中医药现化,2014,16(1):193-198.

（收稿日期：2019-08-15　编辑：王笑辉）