

大黄包装方法研究

唐文文¹, 晋小军^{2,4*}, 宋平顺³

1. 铜仁职业技术学院, 贵州 铜仁 554300
2. 甘肃农业大学农学院, 甘肃 兰州 730070
3. 甘肃省食品药品检验所, 甘肃 兰州 730070
4. 甘肃农业大学 植物生产类实验教学中心, 甘肃 兰州 730070

摘要:目的 以大黄有效成分、储藏前后质量耗损、保质时间和经济效益为指标, 考察大黄适宜的包装方法。方法 供试用大黄品种为掌叶大黄 *Rheum palmatum*, 外观色泽考察依据《中国药典》2010年版; 用热浸法提取浸出物; HPLC法测定蒽醌、儿茶素和没食子酸的量。结果 大黄包装含水量对有效成分有显著影响, 含水量为24%左右时, 浸出物的量最高, 为31.36%; 含水量为14%左右时, 浸出物的量最低; 蒽醌的量则相反, 此含水量蒽醌的量最高, 为1.893%; 含水量为20%左右时, 儿茶素和没食子酸的量均最高, 分别为1.492%和0.400%; 真空包装的大黄浸出物和蒽醌的量均最高, 分别达33.47%和1.891%, 普通包装处理最低, 仅分别为28.30%和1.539%; 加入脱氧剂包装的没食子酸和儿茶素的量最高, 没食子酸的量为0.323%, 儿茶素的量达到2.022%; 大黄储藏1年时, 通过对霉变、虫蛀情况的观察, 以及大黄品质的测定发现, 在大黄水分的量不超过20%时, 采用真空包装, 储藏期无霉变出现, 大黄外观质量良好。结论 抽真空包装是大黄最优的气调包装方法, 它不仅能增加药农收入, 也提高了大黄保质储藏过程的水分量。

关键词: 大黄; 包装方法; 含水量; 保质期; 有效成分

中图分类号: R286.02 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2013)14-1925-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2013.14.011

Study on packaging methods for *Rhei Radix et Rhizoma*

TANG Wen-wen¹, JIN Xiao-jun^{2,4}, SONG Ping-shun³

1. Tongren Vocational Institute, Tongren 554300, China
2. College of Agriculture, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China
3. Gansu Provincial Institute for Food and Drug Control, Lanzhou 730070, China
4. Experimental Teaching Center of Plants to Producing, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China

Abstract: Objective To explore the suitable packaging methods for *Rhei Radix et Rhizoma* (RRR) with the contents of active ingredients, quality loss before and after storage, shelf life, and economic benefit as indexes. **Methods** *Rheum palmatum* was used in the experiment and the color of RRR was studied according to *Chinese Pharmacopoeia 2010*. The extract was obtained by hot-dip method, and the contents of anthraquinone, gallic acid, and catechin were determined using HPLC. **Results** The moisture capacity of RRR package had the significant effect on the active constituents, the highest content of extracting substances (31.36%) was obtained with the moisture content of 24%, and the lowest content was obtained with the moisture content of 14%. The highest anthraquinone content (1.893%) was obtained with the moisture content of 14%, and the highest in catechin and gallic acid contents were 1.492% and 0.400% with the moisture content of 20%. The contents of RRR extract and anthraquinone were the highest (33.47% and 1.891%) with vacuum packing, while those with common package were the lowest (28.30% and 1.539%). The highest contents of gallic acid and catechin (0.323% and 2.022%) were obtained with deoxidizer packaging. The mildew and infestation observation and the quality determination of one-year stored RRR showed that the vacuum packing had no mildew with the moisture content of less than 20%. **Conclusion** The vacuum packing is an optimal atmosphere packaging method, which could increase the revenue of farmers and the

收稿日期: 2013-01-17

基金项目: 甘肃省中药材产业科技攻关项目 (GYC-09-09); 甘肃省科技厅重大专项 (1002FKDA408)

作者简介: 唐文文, 硕士, 研究方向为药用植物资源与利用。Tel: 13765666267

*通信作者 晋小军, 研究员。E-mail: jingxj@gsau.edu.cn

网络出版时间: 2013-07-05 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20130705.1602.019.html>

moisture content of RRR during storage.

Key words: *Rhei Radix et Rhizoma*; packaging method; moisture content; shelf life; active constituents

大黄(*Rhei Radix et Rhizoma*, RRR)为蓼科大黄属多年生草本植物,《中国药典》2010年版规定的中药大黄是以掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim. ex Balf. 或药用大黄 *Rheum officinale* Baill. 的干燥根及根茎入药^[1]。中国作为大黄的故乡,已有数千年应用大黄的经验,大量的研究和临床证实大黄有着广泛的多靶点生物活性和一药多用的特色^[2-3],在治疗急性病的同时,在减肥、降脂、排毒、抗衰老等方面也有长足的进步。近20年来,众多学者出版了大量专著和研究论文,证明了大黄在中药中的重要地位^[4-5]。据统计,目前国家标准中药有800多种用了大黄,是在中药组方中应用范围最大、使用频率最高的为数不多的几种中药之一。

经过多年调查发现甘肃、青海等大黄药材主产区所产大黄质优量大,但其产后包装环节技术十分落后,致使药材在加工储藏过程中极易发生霉变、虫蛀、走油、变色、气味变淡薄等品质变异现象,轻则使药材品质下降,疗效降低,重则使整库药材报废。品质变异的药材服用后不仅不能治病,还会因污染和产生的毒副作用导致新的更为严重的疾病发生。因此选择适宜的大黄包装方法是中药加工产业中迫切需要解决的问题。本研究通过比较不同含水量和气调包装方法下大黄药材的品质,探索大黄适宜的包装方法,为中药产业的发展提供技术支撑。

1 仪器与材料

D2600/2SC 全自动双室真空包装机(青岛麦格自动化设备有限公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); DHG—9626A 电热恒温鼓风干燥箱(杭州托普仪器有限公司); FW—415 型中药粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司); LA—230S 型电子分析天平(北京赛多利斯仪器公司); RE52—98 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂)。

大黄样品采自于礼县上坪乡赵坝村的试验基地,选择移栽后2年的掌叶大黄(经甘肃农业大学晋小军研究员和陈垣教授鉴定为蓼科大黄属植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.),于10月中旬植株地上部分枯萎后采挖。

对照品芦荟大黄素(批号 110795-201007)、大黄酸(批号 110757-2002065)、大黄素(批号 110756-

200110)、大黄酚(批号 110796-200513)、大黄素甲醚(批号 110758-200610)、没食子酸(批号 0831-9501)和儿茶素(批号 877-200001)均购自中国食品药品检定研究院。乙醇(AR)、盐酸(AR)天津市德恩化学试剂有限公司;氨水(AR)天津市全达化工有限公司;甲醇为色谱纯(山东禹王实业有限公司禹城化工厂);蒸馏水(自制);流动相用水为屈臣氏纯净水。

2 方法与结果

2.1 含水量设置

任何一种药材都含有一定量的水分,它是组成药材质量的重要成分之一。如果药材含水量过高,其质量就会发生变化^[6]。在中药材的生产和保质储藏中,药材中的水分也是一个重要因素^[6-7],众所周知,药材里的水分太多,将导致药材极易发生霉变,不易保存,而水分太少,将影响药材的品质,且会使药材在流通中的折损过大,因此,在药材的保质储藏研究中,探讨药材的适宜含水量也是非常必要的。

选择大小均一的鲜大黄根茎,切成厚度为3 cm左右的厚片,采用45℃恒温烘干的方法,把鲜大黄制成含水量为 $(24 \pm 1)\%$ (W_1)、 $(20 \pm 1)\%$ (W_2)、 $(17 \pm 1)\%$ (W_3)和 $(14 \pm 1)\%$ (W_4)的样品,测定不同含水量样品有效成分的量,并留待包装。

2.2 包装储藏方法

实验于2010年11月至2012年1月在甘肃农业大学进行。对4种不同含水量的大黄,设抽真空包装(A_1)、充氮气包装(A_2)、充二氧化碳包装(A_3)、加入脱氧剂包装(A_4)和普通真空袋包装(CK)5种包装方法,共20个处理(表1),每个处理均重复40次,将每个处理的40个重复随机分成4组,在2010年11月分别存放于甘肃农业大学中草药储藏室。包装前后准确称量每袋大黄质量,每隔1周观测并记录大黄霉变、虫蛀的情况。储藏期为1年,储藏1年后,每个处理随机抽取3个重复,测定各处理下大黄药材的品质。

2.3 指标检测

2.3.1 浸出物的定量测定 将不同处理方法的大黄样品粉碎,精密称定各处理下大黄粉(过2号筛),按《中国药典》2010年版一部附录(XA)项下热

表 1 试验处理设置 (n=40)
Table 1 Experimental treatments (n=40)

处理	含水量	包装方法	处理	含水量	包装方法	处理	含水量	包装方法	处理	含水量	包装方法
1	W ₁	CK	6	W ₂	CK	11	W ₃	CK	16	W ₄	CK
2	W ₁	A ₁	7	W ₂	A ₁	12	W ₃	A ₁	17	W ₄	A ₁
3	W ₁	A ₂	8	W ₂	A ₂	13	W ₃	A ₂	18	W ₄	A ₂
4	W ₁	A ₃	9	W ₂	A ₃	14	W ₃	A ₃	19	W ₄	A ₃
5	W ₁	A ₄	10	W ₂	A ₄	15	W ₃	A ₄	20	W ₄	A ₄

浸法测定^[1]。

2.3.2 蒽醌类成分定量测定 按文献方法^[8]测定。

2.3.3 没食子酸和儿茶素定量测定 按文献方法^[8]测定。

2.4 实验结果

2.4.1 不同含水量大黄有效成分测定 不同含水量大黄有效成分测定结果见表 2。W₁的浸出物的量最高，为 31.36%；W₂和 W₃居中，分别为 30.01%和 29.25%；最低的为 W₄，比 W₁低将近 3%。蒽醌的量最高的为 W₄，为 1.893%；次之为 W₃；最低为 W₂，为 1.723%。儿茶素的量最高的为 W₂和 W₄，分别为 1.492%和 1.473%，最低的为 W₃，仅为 0.710%。没食子酸的量最高的为 W₂，为 0.400%；最低的是 W₁，仅为 0.201%。

2.4.2 不同包装方法大黄品质测定 气调包装方法，即人为的调整密闭的真空包装袋内的空气的组成，造成一种低氧的环境，抑制药材害虫和微生物的生长繁殖及药材自身的氧化反应^[9-10]，以保持中

药材品质的一种方法，可杀虫，防霉；还可在高温季节里，有效防止中药材的走油、变色、变味等现象的发生。比较了不同气调包装方法和普通包装的大黄品质 [所用样品含水量为 (14±1)%]。结果见表 3。

CK 在保质 7 个月后发现霉变，在保质期（1 年）后，袋内有 1/3 的药材发生霉变，其他各处理在保质期内均无霉变、虫蛀出现；A₄包装的大黄出现刺激性气味，可能是由于脱氧剂里的一些成分与药材发生反应；A₁、A₂和 A₃包装的大黄气味清香。A₁包装的大黄在浸出物和蒽醌的量上均为最高，分别达 33.47%和 1.891%，最低的为 CK，仅为 28.3%和 1.539%，各处理浸出物和蒽醌的量均达到《中国药典》2010 年版要求；没食子酸的量较高的为 A₁和 A₄包装的大黄，分别为 0.312%和 0.323%；儿茶素的量最高的为 A₄包装的大黄，达到 2.022%，远远高于其他处理中儿茶素的量。

2.4.3 不同包装方法大黄经济效益分析 由表 4 可知，不同包装方法所需要的包装成本不同，其中包装成本较小的是 A₁和 CK，较大的是 A₄，A₂和 A₃居中；采用不同包装方法大黄的售价也各不相同，售价最高的 A₁，最低的是 CK 处理，增值率最高的为 A₁处理，达到 64%，而最低的是 CK 处理，仅为 A₁的 1/4。

2.4.4 不同含水量、不同包装方法大黄品质比较大黄储藏 1 年后，对 4 种不同含水量 5 种包装方法

表 2 不同含水量大黄有效成分的量

Table 2 Active constituent contents for different moisture contents in RRR

含水量	浸出物 / %	蒽醌 / %	儿茶素 / %	没食子酸 / %
W ₁	31.36	1.762	1.008	0.201
W ₂	30.01	1.723	1.492	0.400
W ₃	29.25	1.800	0.710	0.266
W ₄	28.50	1.893	1.473	0.308

表 3 不同包装方法大黄的外观形状和有效成分的量

Table 3 Appearance and active constituent contents for different packaging methods of RRR

包装方法	霉变情况	虫蛀情况	药材气味	保质期 (1 年)	浸出物 / %	蒽醌 / %	没食子酸 / %	儿茶素 / %
CK	1/3 霉变	无	霉味	210 d	28.30	1.539	0.269	0.559
A ₁	无霉变	无	大黄清香味	完好	33.47	1.891	0.312	0.999
A ₂	无霉变	无	大黄清香味	完好	33.19	1.542	0.290	1.017
A ₃	无霉变	无	大黄清香味	完好	32.50	1.769	0.224	0.711
A ₄	无霉变	无	刺激性气味	完好	32.73	1.877	0.323	2.022

表4 大黄不同包装方法增值率

Table 4 Appreciation rate of RRR with different packaging methods

包装方法	单价 / (元·kg ⁻¹)					增值率 / %
	原药材价格	加工成本	包装成本	销售价格	纯利润	
CK	10	0.7	0.8	13	1.5	15
A ₁	10	0.7	0.9	18	6.4	64
A ₂	10	0.7	1.5	16	3.8	38
A ₃	10	0.7	1.4	16	3.9	39
A ₄	10	0.7	1.7	16	3.6	36

表中原药材价格和销售价格为2010年10月—2012年1月国家药材市场的平均价格,增值率=纯利润/原药材价格

In the table, price of medicinal materials and marketing price are average price for Chinese medicine markets in Oct. 2010—Jan. 2012, appreciation rate = net profit / price of crude materials

的大黄观测霉变程度、测定有效成分及储藏前后质量损耗,结果见表5。可知:(1)各含水量大黄中,采用A₁包装的大黄,除W₁的有轻度霉变出现,其他各含水量的均未发生霉变;W₂、W₃和W₄的大黄,在采用A₃包装时,均未发生霉变;W₃和W₄的大黄,除CK和A₄包装有霉变,其他各处理保存完好。(2)在大黄储藏期间质量损耗方面,发生霉变的各处理和采用A₂包装的大黄质量损耗较大,大黄霉变

后,霉菌大幅度腐蚀药材,吸收其内部营养成分,造成其质量减少。采用A₁包装各处理的大黄质量损耗最少,采用A₃和A₄处理的大黄质量损耗居中。(3)在不同含水量下,采用不同包装的大黄有效成分的量各不相同。各含水量下,采用A₁包装的大黄蒽醌的量均最高,远远高于CK和其他处理,次之为采用A₃和A₄包装的药材。浸出物的量上,采用A₁、A₂和A₃包装的大黄在各个含水量下都是较高;

表5 不同含水量和包装方法的大黄品质

Table 5 Quality of RRR with different moisture contents and packaging methods

处理	含水量	包装方法	霉变程度	质量损耗 / g	浸出物 / %	蒽醌 / %	没食子酸 / %	儿茶素 / %
1	W ₁	CK	全部霉变	6.77	24.39	1.07	0.134	0.333
2		A ₁	1/6 霉变	4.05	31.36	1.74	0.231	0.891
3		A ₂	1/3 霉变	6.00	30.73	1.12	0.174	0.478
4		A ₃	1/4 霉变	4.35	30.29	1.70	0.249	0.664
5		A ₄	1/4 霉变	4.95	14.60	1.06	0.200	0.616
6	W ₂	CK	4/5 霉变	6.65	25.01	1.21	0.136	0.345
7		A ₁	无霉变	3.32	31.01	1.73	0.384	0.695
8		A ₂	1/6 霉变	4.20	31.13	1.44	0.160	0.788
9		A ₃	无霉变	3.70	31.96	1.62	0.219	0.805
10		A ₄	有霉斑	3.67	29.29	1.57	0.391	1.041
11	W ₃	CK	1/3 霉变	5.80	26.94	1.24	0.288	0.619
12		A ₁	无霉变	2.79	31.50	1.89	0.315	0.819
13		A ₂	无霉变	5.58	29.25	1.52	0.302	0.745
14		A ₃	无霉变	3.09	31.03	1.81	0.305	0.857
15		A ₄	有霉斑	1.32	29.14	1.67	0.327	1.181
16	W ₄	CK	1/3 霉变	4.04	28.30	1.53	0.269	0.559
17		A ₁	无霉变	2.35	33.47	1.89	0.312	0.999
18		A ₂	无霉变	3.60	33.19	1.54	0.290	1.017
19		A ₃	无霉变	2.82	32.50	1.77	0.224	0.711
20		A ₄	无霉变	2.42	32.73	1.87	0.323	2.022

各处理中蒽醌和浸出物的量最低的为处理5, 即 W_1 含水量的 A_4 包装的大黄, 蒽醌的量仅为 1.06%, 浸出物的量仅为 14.6%, 且大黄有刺鼻的气味; 次之为处理1和6; 没食子酸和儿茶素的量最低的为处理1和6, 均为霉变程度较高处理, 没食子酸的量仅为 0.134% 和 0.136%, 儿茶素的量分别为 0.333% 和 0.345%。另据观察, 在采用 A_4 包装的各处理中, 霉斑均最先出现在脱氧剂放置的部位。

3 讨论

3.1 不同含水量对大黄有效成分的影响

通过对不同含水量大黄的有效成分的研究发现, 不同含水量大黄中的有效成分各不相同, 特别是对大黄有效成分之一的浸出物影响极大, 浸出物的量随着大黄含水量的减少而降低; 蒽醌的量最高的为 14% 左右含水量的, 为 1.893%; 儿茶素、没食子酸等鞣质类的量最高的为 20% 左右含水量的大黄, 分别为 1.492% 和 0.4%。由此可见, 含水量是影响大黄品质的一个重要因素。

3.2 不同包装方法对大黄品质及经济效益的影响

空气是影响药材贮藏期间质量变化的主要影响因素, 无氧和低氧状态都可以抑制药材的陈化, 减轻变色、走油、虫蛀、霉变的程度, 延长药材的保质期。在包装中可采用抽真空除氧、加脱氧剂除氧、充氮和充二氧化碳除氧。朱蕾、晋小军等^[11-13]的研究结果表明采用气调包装方法的当归和党参, 其保质时间长, 且药材外观品质较好。

本研究证实, 不同的气调包装方法对大黄的品质有显著影响, 普通真空袋包装, 在储藏7个月后, 开始霉变; 加入脱氧剂包装的大黄, 出现刺激性气味, 可能是由于脱氧剂里的一些成分与药材发生反应释放出来的; 其他包装保存完好。没食子酸和儿茶素的量最高的为加入脱氧剂的包装, 儿茶素的量高达 2.022%, 是普通包装的4倍, 说明脱氧剂可以充分降低包装袋内氧气的浓度, 避免儿茶素的氧化。抽真空包装在浸出物和蒽醌的量上均为最高, 分别达 33.47% 和 1.891%, 最低的为普通包装, 仅分别为 28.3% 和 1.539%。

不同的气调包装方法对大黄的经济效益影响极大, 研究表明, 采用真空包装技术成本最低, 利润高达 6.4 元/kg, 且易于被药农和市场接受。真空包装的大黄, 保质储藏时间长, 药材外观色泽良好, 品质优良, 是一种高效优质的包装方法, 应当在生产中大力推广应用。

3.3 不同含水量和包装方法对大黄品质的影响

有文献报道^[14], 通常药材中水分含量超过 15% 就会引起虫蛀、霉变, 从而失去药用价值。药材中多种亲水大分子, 如糖类及黏液质、蛋白质、多酚等, 以及药材组织结构的多孔性和巨大的表面积, 均具有较强的吸湿作用。如枸杞子、知母、天门冬、麦冬、地黄、当归、牛膝、玄参、党参、泽泻、山药等容易吸湿发霉。

本实验结果证明, 当大黄含水量控制在 20% 以内时, 采用抽真空包装的药材未发生霉变; 采用抽真空、充 N_2 和充 CO_2 气调包装方法均可使药材在 17% 含水量下保存完好。对于4种不同含水量的大黄, 其抽真空包装的蒽醌的量均最高, 远远高于其他处理, 次之为充二氧化碳包装和加入脱氧剂包装; 在浸出物的量上真空包装、充氮包装和充二氧化碳都是较高; 抽真空处理的大黄质量损耗最少, 充 CO_2 和加入脱氧剂包装的大黄质量损耗居中; 大黄霉变后, 质量损耗会增大, 由于霉菌大幅度腐蚀药材, 吸收药材内部营养成分, 造成质量的减少。加入脱氧剂的各处理中, 霉斑均最先出现在脱氧剂放置的部位, 因所用脱氧剂是以还原性铁粉为主要成分, 外加少量活性炭和 NaCl, 脱氧剂降低包装袋内氧气浓度和吸收水分, 在其吸收大黄水分的过程中, 使大黄局部水分升高, 发生霉变。

在大黄保质期内(1年), 通过对霉变虫蛀情况的观察, 以及大黄质量耗损, 浸出物和蒽醌量的测定结果, 结合不同包装大黄药材的经济效益分析, 表明抽真空包装是大黄最优的气调包装方法, 它不仅能增加药农收入, 也提高了大黄保质储藏过程的水分含量。

结合不同含水量和不同气调包装方式2个因素对大黄品质影响的研究结果表明, 不同含水量和气调包装方式的相互作用对大黄药材的品质影响极大, 说明不同气调包装方式下, 要求大黄储藏的安全水分可能各不相同, 这需要进一步的探索研究。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 中国医学科学院药物研究所. 中药志 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982.
- [3] 周现军. 不同炮制工艺对大黄中蒽醌成分含量的影响 [J]. 辽宁中医药大学学报, 2008, 16(10): 130-131.
- [4] Clifford M. Foust culinary rhubarb production in North America [J]. *Hist Recent Statistics Hortsci*, 1991, 26: 1360-1363.

- [5] Zhu J J, Wang Z M, Ma X Y, *et al.* A quantitative method for simultaneous determination of four anthraquinones with one marker in *Rhei Radix et Rhizoma* [J]. *Chin Herb Med*, 2012, 4(2): 157-163.
- [6] 傅泉炎. 中药含水量与中药仓储质量的关系 [J]. 中国药业, 2002, 21(5): 70.
- [7] 余圣龙. 中药水分经验检验法 [J]. 中药通报, 1988(8): 19-20.
- [8] 唐文文, 李国琴, 宋平顺, 等. 大黄干燥方法研究 [J]. 中草药, 2013, 44(4): 424-429.
- [9] 孙民长. 中药饮片的贮存与养护 [J]. 辽宁中医药大学学报, 2007, 9(4): 162-163.
- [10] 张家连. 试论中药材品质变异的因素及对策 [J]. 中外医疗, 2008(16): 79.
- [11] 朱 蕾, 王俊英, 陈 垣, 等. 不同包材与储藏方法对当归品质和保质期的影响 [J]. 中国中药杂志, 2010, 35(8): 957-959.
- [12] 晋小军. 党参保质储藏包装材料和充气包装技术研究 [J]. 中药材, 1999, 22(12): 629-632.
- [13] 晋小军, 黄惠英, 李国琴, 等. 不同包装条件对党参皂甙含量的影响 [J]. 中国野生植物资源, 2002, 21(5): 57-60.
- [14] 唐文武. 中药饮片霉变与其含水量关系初探 [J]. 时珍国医国药, 1999, 10(2): 108-109.