

不同储藏条件对党参片质量的影响

韩喜桃¹, 唐雅楠¹, 刘子琴¹, 包丽媛¹, 韩舒¹, 刘凯洋¹, 王宏月¹, 郭晓光², 李卫飞³, 杜红^{1*}, 胡芳弟⁴

1. 北京中医药大学中药学院, 北京 102488

2. 天津森罗科技股份有限公司, 天津 300000

3. 中国北京同仁堂(集团)有限责任公司, 北京 100062

4. 兰州大学药学院, 甘肃 兰州 730000

摘要: **目的** 考察不同储藏条件对党参 *Codonopsis Radix* 片质量的影响。**方法** 制备低(水分 $\leq 10\%$)、中($10\% < \text{水分} \leq 13\%$)、高($13\% < \text{水分} \leq 16\%$) 3 种不同水分的党参片, 于室温、阴凉、冷藏、加速(高温高湿)、低氧气调养护条件下储藏 4 个月, 考察其外观性状、色度、水分、灰分、浸出物、总黄酮、总皂苷及总糖含量的变化, 综合评价不同储藏条件对各水分党参片质量的影响。**结果** 各水分党参片在储藏过程中, 中、高水分($> 10\%$)党参片在常温储藏中发生不同程度的虫蛀, 且高水分党参片在常温储藏 3、4 个月时灰分不符合药典规定, 常温储藏的高水分党参片在储藏 4 个月时浸出物显著下降。同时, 常温储藏的各水分党参片的总皂苷、总黄酮、总糖含量大多低于阴凉、冷藏及低氧气调养护储藏。**结论** 党参片储藏过程中, 虫蛀程度与党参片水分、储藏温度、湿度、氧含量有关, 总皂苷含量与储藏温度、湿度、氧含量有关, 总黄酮含量与氧含量有关, 总糖含量与储藏温度、湿度有关, 故在常氧条件下应控制其储藏温度不高于 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, 党参片水分低于 10% ; 在低氧条件下, 储藏温度、湿度、党参片含水量相对不受限。且储藏时储藏温度、湿度、氧含量、党参片水分越低其储藏效果越好。

关键词: 党参片; 储藏条件; 质量评价; 色度; 总黄酮; 总皂苷; 总糖

中图分类号: R283.6 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-2670(2021)03-0858-10

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2021.03.027

Influence of different storage conditions on quality of *Codonopsis Radix* pieces

HAN Xi-tao¹, TANG Ya-nan¹, LIU Zi-qin¹, BAO Li-yuan¹, HAN Shu¹, LIU Kai-yang¹, WANG Hong-yue¹, GUO Xiao-guang², LI Wei-fei³, DU Hong¹, HU Fang-di⁴

1. School of Chinese Materia Medica, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 102488, China

2. Tianjin CNRO Science-Technology Co., Ltd., Tianjin 300000, China

3. China Beijing Tongrentang (Group) Co., Ltd., Beijing 100062, China

4. School of Pharmacy, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China

Abstract: **Objective** To investigate the effects of different storage conditions on the quality of *Codonopsis Radix* pieces (CRP). **Methods** Three different moisture content kinds of CRP with low ($\leq 10\%$), medium ($10\% - 13\%$), and high ($13\% - 16\%$) were prepared, store them for 4 months under room temperature, cool, refrigerated, accelerated (high temperature and high humidity), and low oxygen curing conditions, and examine their appearance properties, color, moisture, ash, extract, total flavonoids, total saponins and total sugar content of CRP with different moisture were investigated, and the effects of different storage conditions on the quality of CRP with different moisture content were comprehensively evaluated. **Results** During the storage process of various moisture CRP, medium-moisture and high-moisture CRP ($> 10\%$) had different degrees of moth-eaten during storage at room temperature, and the ash content of high-moisture CRP did not meet the pharmacopoeia requirements when stored at room temperature for 3 and 4 months. The extract of the stored high-moisture CRP decreased significantly when stored at room temperature for 4 months. At the same time, the contents of total saponins, total flavonoids, and total sugars of each moisture CRP stored at room temperature are mostly

收稿日期: 2021-08-22

基金项目: 国家重点研发计划项目 (N0.2018YFC1706303)

作者简介: 韩喜桃, 女, 硕士研究生, 研究方向为中药饮片质量研究。E-mail: shxt0813@163.com

*通信作者: 杜红, 女, 博士, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药炮制原理研究。Tel: (010)53912125 E-mail: duhong@vip.163.com

lower than those stored in cool, refrigerated, and low-oxygen storage. **Conclusion** During the storage of CRP, the degree of moth-eaten was related to the moisture, storage temperature, humidity, and oxygen content of CRP. Total saponins were related to storage temperature, humidity, and oxygen content. Total flavonoids were related to oxygen content, and total sugars were related to storage temperature. Humidity was related, so the storage temperature should not be higher than 20 °C under normal oxygen conditions, and the moisture content of CRP should be less than 10%; Under low oxygen conditions, the storage temperature, humidity, and moisture content of CRP should be relatively unrestricted. And the lower the storage temperature, humidity, oxygen content, and water content of CRP during storage, the better the storage effect.

Key words: *Codonopsis Radix* pieces; storage conditions; quality evaluation; color; total flavonoids; total saponins; total sugar

党参为桔梗科党参属植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.、素花党参 *C. pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 或川党参 *C. tangshen* Oliv. 的干燥根, 具有健脾益肺、养血生津的功效, 临床用于治疗食少倦怠、咳嗽虚喘、心悸气短、津伤口渴等病症^[1]。现代药理学研究表明, 党参有保护神经、调节血糖、增强机体免疫力、抗肿瘤、抗疲劳及抗溃疡等多种作用^[2-7]。

党参的功效组分如糖、皂苷、黄酮等物质极易受温度、湿度、氧气等影响而发生分解^[8-10], 从而严重影响到党参片的临床功效。并且党参片在储藏过程中, 因其含有蛋白质和糖等蛀虫所需养分^[11], 稍有不慎就被虫蛀成洞孔, 甚至蛀空, 造成损失, 有效成分减少从而降低了疗效以至不能药用, 造成很大的经济损失^[12]。而虫蛀的发生与温度、湿度、氧气有关。文献表明, 温度为 22~32 °C, 饮片含水量 10%~15% 极易发生虫蛀^[13]。而在低氧条件下, 防虫效果显著^[14]。因此, 防止虫蛀大多都认为要减少中药本身含水量, 降低温度、湿度, 需密封^[15-16]。综上, 将储藏条件的温度、湿度、氧气加以控制, 可有效避免传统散装党参片存在的有效成分散失、虫蛀等问题。故本研究以非真空包装的不同水分的党参片为研究对象, 在不同储藏条件(常温、阴凉、冷藏、加速、低氧气调养护)下定期考察饮片的外观性状、色度、水分、浸出物、总灰分、总皂苷、总黄酮及总糖含量, 通过考察储藏条件对党参片内外质量的影响, 以期明确党参片的储藏效果与水分有无关联性, 为确定党参的储藏养护条件提供理论参考。

1 仪器与材料

1.1 仪器

CDZG-0.22WS-S 高气密恒湿柜, 天津森罗科技股份有限公司; EPOCH 酶标仪, 美国伯腾仪器有限公司; CM-5 分光测色计, 日本 Konica Minolta 公司; SX2-2.5-10A 箱式电阻炉, 绍兴市上虞道墟科

析仪器厂; BT 125D 电子分析天平, 十万分之一, Sartorius 公司; FA1104B 电子分析天平, 万分之一, 上海越平科学仪器有限公司; HH-S6 电热恒温水浴锅, 北京科伟永兴仪器有限公司; DHG-9123A 电热鼓风干燥箱、BPS-100CA 恒温恒湿箱, 上海一恒科学仪器有限公司。

1.2 试剂

对照品芦丁(批号 Y24F11Y17051)、三七皂苷 R₁ (批号 G09D10Y104881)、葡萄糖(批号 S08J6G1), 质量分数均>98%, 购于上海源叶生物科技有限公司; 乙醇、冰醋酸、高氯酸、浓硫酸、石油醚(60~90 °C)为分析纯; 水为双蒸水, 其余试剂为分析级。

1.3 材料

党参药材购于甘肃, 经北京中医药大学中药鉴定系王晶娟教授鉴定为桔梗科党参属植物素花党参 *C. pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 不同水分党参片的制备及不同储藏条件处理

2.1.1 低水分党参片 取净制后党参药材, 润透, 切厚片, 于 40 °C 烘 12 h, 检测水分(烘干法), 水分含量为 8.27%。

2.1.2 中水分党参片 取净制后党参药材, 润透, 切厚片, 于 40 °C 烘 8 h, 检测水分(烘干法), 水分含量为 11.71%。

2.1.3 高水分党参片 取净制后党参药材, 润透, 切厚片, 于 40 °C 烘 2 h, 检测水分(烘干法), 水分含量为 14.65%。

2.1.4 不同储藏条件处理 取上述不同水分的党参片, 用牛皮纸凝膜纸袋打包, 于室温、阴凉、冷藏、加速(高温高湿)、低氧(氧气浓度 0.2% 以下)气调养护条件下储藏 4 个月(表 1), 其中, 常温, 学校常温库放置; 阴凉, 学校阴凉库放置; 冷藏, 冷藏柜放置; 加速(高温高湿), 恒温恒湿箱放置; 低

表 1 储藏条件信息

Table 1 Storage condition information

储藏条件	储藏温度/℃	湿度/%	氧气
常温	23±3	20~70	常氧
加速	40±2	75±5	常氧
阴凉	15±3	30~70	常氧
冷藏	4±2	20~50	常氧
低氧气调养护	21±3	35±7	低氧

表 2 不同储藏条件各水分党参片性状观测结果

Table 2 Observation results of properties of CRP with different moisture under different storage conditions

样品	储存时间/月	常温	加速	阴凉	冷藏	低氧气调
低水分党参片	0	外表皮呈黄灰色，横切面皮部呈淡黄色，木质部呈黄色，部分可见裂隙或放射状纹理，质地硬，有特殊香气，味微甜				
	1	无明显变化	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	2	发现蛹	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	3	虫蛀率 0	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	4	虫蛀率 0	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
中水分党参片	0	外表皮呈黄灰色，横切面皮部呈淡黄色，木质部呈黄色，部分可见裂隙或放射状纹理，质地硬，有特殊香气，味微甜				
	1	无明显变化	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	2	出现拉丝，蛹，幼虫	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	3	虫蛀率 1.3%	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
	4	虫蛀率 3%	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	无明显变化
高水分党参片	0	外表皮呈黄灰色，横切面皮部呈淡黄棕色，木质部呈深黄色，部分可见裂隙或放射状纹理，质地较硬，有浓郁的特殊香气，味微甜				
	1	出现拉丝，蛹，幼虫	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	质地变硬
	2	虫蛀率 13%	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	质地变硬
	3	虫蛀率 23%	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	质地变硬
	4	虫蛀率 36%	横切面颜色加深	无明显变化	无明显变化	质地变硬

储藏 1 个月时出现虫蛀现象；低水分和中水分党参片储藏 2 个月时出现虫蛀现象；储藏至 4 个月时，虫蛀率为高水分党参片（36%）>中水分党参片（3%）>低水分党参片（0）（图 1）。可见，常温储藏条件的温度、湿度、氧含量均利于虫蛀的发生，且党参片水含量越高，虫蛀率越高，党参片水含量是影响其虫蛀率的主要因素。在加速储藏条件下，各党参片均无虫蛀，推测是其温度（40℃）不利于印度谷螟生长，这与鲁玉杰等^[17]的结论（35℃由于高温不适导致卵无存活）一致；在阴凉、冷藏、低氧气调储藏条件下，无虫蛀发生，说明低温、低氧可抑制生虫^[18-19]。

2.3 颜色测定

2.3.1 供试品的制备 取各党参片，粉碎，过 2 号

筛，备用。

氧气调，高气密恒湿柜放置。每月取样观察饮片外观性状及虫蛀率，并分别测定各党参片色度、水分、总灰分、浸出物、总黄酮、总皂苷、总糖的含量。

2.2 外观性状

取不同储藏条件下的各党参片，分别于每月取样观察饮片外观性状、虫蛀情况，结果见表 2。

虫蛀率=被虫蛀的党参片质量/总党参片质量

结果表明，在常温储藏条件下，高水分党参片

筛，备用。

2.3.2 色度测量条件的确定 起止波长 350~750 nm；色彩空间 CIE, L^* 、 a^* 、 b^* ；仪器测量口径 8 mm；视场选择：10 度视角；测量光源为 D65；标准偏差 $\Delta E^*_{ab} \leq 0.04$ ；数据处理软件为 Spectra Magic NX。

2.3.3 精密度考察 取低水分党参片粉末，按“2.3.2”项下色度测定条件连续测量 6 次，记录 L^* 、 a^* 、 b^* ，并计算 L^* 、 a^* 、 b^* 的 RSD 值分别为 0.32%、0.81%、0.49%，表明色差仪精密度良好。

2.3.4 重复性考察 取低水分党参片粉末 6 份，按照“2.3.2”项下色度测定条件进行 6 份样品颜色测定，记录 L^* 、 a^* 、 b^* 值，并计算 L^* 、 a^* 、 b^* 的 RSD 值分别为 0.26%、0.95%、0.71%，表明方法重复性良好。

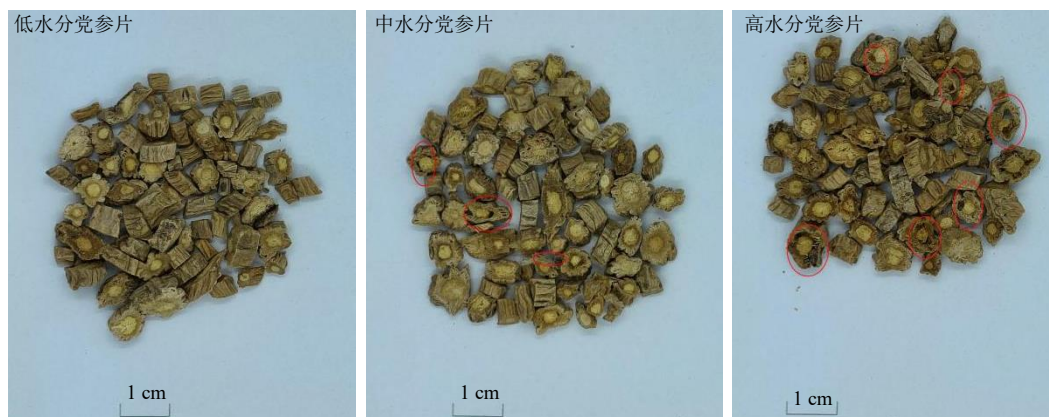


图 1 常温储藏 4 个月各党参片虫蛀情况

Fig. 1 Damages of worms of each CRP after 4 months of storage at room temperature

2.3.5 稳定性考察 取低水分党参片粉末，分别于 0、2、4、6、8、10、12 h，按照“2.3.2”项下色度测定条件进行样品颜色测定，记录 L^* 、 a^* 、 b^* 值，并计算 L^* 、 a^* 、 b^* 的 RSD 值分别为 0.20%、0.51%、0.29%，表明样品在 12 h 内色度值稳定性良好。

2.3.6 党参片色度值的测定 取各党参片粉末，按“2.3.2”项下色度测量条件测量，分别记录代表饮片粉末颜色的 L^* 、 a^* 、 b^* ，每份供试品重复 3 次，取平均值，并计算 L^* 、 a^* 、 b^* 的 RSD 值。

色差仪数据明度 (L^*) 代表亮度， L^* 越大，亮度

越大； a^* 代表红绿相，负值代表绿色，正值代表红色； b^* 代表黄蓝相，负值代表蓝色，正值代表黄色； E 为颜色的总色差，总色差值 E 用公式 $E = (L^{*2} + a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$ 计算得出。

色差仪测定不同储藏条件下各党参片粉末色泽变化 (图 2)，可知各党参片在加速条件下波动性最大，表明高温高湿对党参片色泽影响大。在储藏过程中，高水分党参片色泽波动性明显大于低水分、中水分党参片，表明高水分党参片在储藏中色泽更易受到影响。

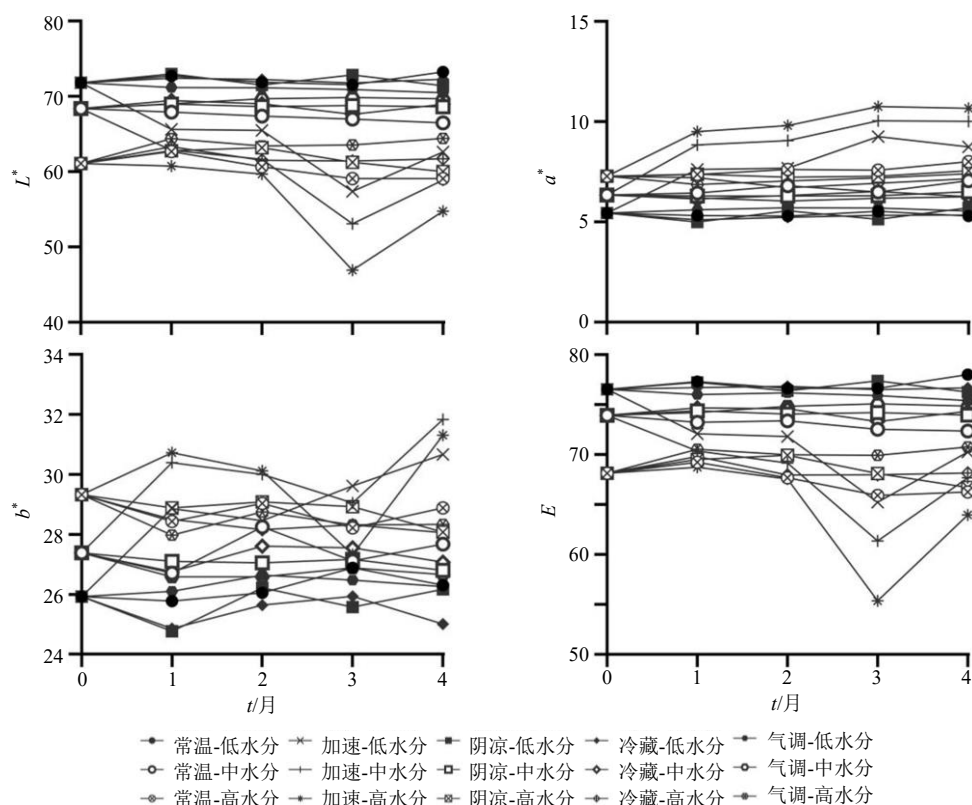


图 2 不同储藏条件下各党参片的色泽变化

Fig. 2 Color changes of CRP under different storage conditions

2.4 党参水分、灰分、浸出物测定

参照《中国药典》2020 年版四部水分测定法〔通则 0832〕^[20]烘干法、灰分测定法〔通则 2303〕^[20]、浸出物测定法〔通则 2201〕^[20]项下的热浸法测定各党参片水分、灰分、浸出物。结果见表 3 和图 3。在不同的储藏条件下，低水分党参片水分随时间变化较大，特别是在加速与阴凉储藏条件下，因其易吸潮引起水分上升；中水分党参片在储藏过程中水分相对比较稳定；高水分党参片在低氧气调储藏中水分下降，可能为储藏环境湿度低导致失水。高水分党参片储藏至 3、4 个月时，总灰

分超标；同时储藏 4 个月后，高水分党参片浸出物含量下降（ $P < 0.01$ ），推测与其发生虫蛀及虫蛀率有关。其余样品均符合药典规定。

2.5 党参总皂苷类成分测定

2.5.1 对照品的制备 取三七皂苷 R_1 对照品 10.30 mg，加甲醇，超声使之溶解，并用甲醇定容至 50 mL 量瓶中，摇匀，即得。

2.5.2 线性关系考察 精密量取三七皂苷 R_1 对照品溶液 0、0.1、0.2、0.4、0.8、1.0、1.2 mL 至试管中，挥干，精密加入 5%香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL，高氯酸 0.8 mL，摇匀后至 60 °C 水浴 30 min 后，立

表 3 不同储藏条件下各党参片的水分、灰分变化 ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

Table 3 Color changes of CRP under different storage conditions ($\bar{x} \pm s, n = 3$)

样品	储存时间/月	水分/%					灰分/%				
		常温	加速	阴凉	冷藏	低氧气调	常温	加速	阴凉	冷藏	低氧气调
低水分	0	8.27±0.05					4.45±0.13				
党参片	1	9.34±0.18	11.67±0.08	9.27±0.05	9.03±0.08	10.01±0.09	4.43±0.10	4.55±0.07	4.53±0.09	4.51±0.06	4.56±0.03
	2	9.23±0.1	11.65±0.03	11.02±0.14	10.07±0.3	10.51±0.01	4.49±0.48	4.59±0.52	4.59±0.27	4.48±0.10	4.60±0.06
	3	10.33±0.18	11.05±0.09	9.23±0.08	9.41±0.14	9.56±0.05	4.54±0.10	4.46±0.03	4.69±0.01	4.45±0.06	4.51±0.03
	4	9.85±0.13	11.46±0.05	9.57±0.04	9.4±0.03	9.71±0.09	4.56±0.11	4.57±0.15	4.69±0.08	4.53±0.03	4.65±0.09
中水分	0	11.71±0.04					4.56±0.02				
党参片	1	11.67±0.17	12.13±0.07	11.40±0.03	11.07±0.01	10.37±0.10	4.44±0.09	4.57±0.03	4.56±0.05	4.49±0.04	4.52±0.05
	2	11.82±0.06	11.73±0.02	11.10±0.08	12.49±0.09	10.75±0.08	4.55±0.29	4.59±0.33	4.61±0.17	4.52±0.08	4.50±0.01
	3	12.22±0.04	11.63±0.15	11.07±0.04	11.42±0.12	9.74±0.08	4.69±0.10	4.63±0.08	4.70±0.17	4.57±0.07	4.55±0.04
	4	12.14±0.14	12.72±0.08	11.13±0.02	11.17±0.06	9.52±0.04	4.80±0.10	4.68±0.02	4.73±0.07	4.47±0.05	4.32±0.01
高水分	0	14.65±0.16					4.75±0.05				
党参片	1	14.51±0.24	15.45±0.09	14.90±0.03	14.84±0.31	13.31±0.05	4.86±0.08	4.87±0.06	4.81±0.12	4.49±0.05	4.52±0.02
	2	15.39±0.07	14.87±0.09	14.46±0.05	14.83±0.02	14.15±0.12	4.93±0.05	4.88±0.24	4.79±0.50	4.55±0.04	4.64±0.01
	3	15.78±0.10	17.86±0.04	14.41±0.04	14.56±0.36	12.78±0.15	5.11±1.36	4.81±0.14	4.77±0.09	4.72±0.03	4.84±0.06
	4	14.92±0.10	15.18±0.15	15.62±0.02	14.38±0.08	11.37±0.07	5.30±0.17	4.84±0.20	4.81±0.05	4.73±0.02	4.48±0.08

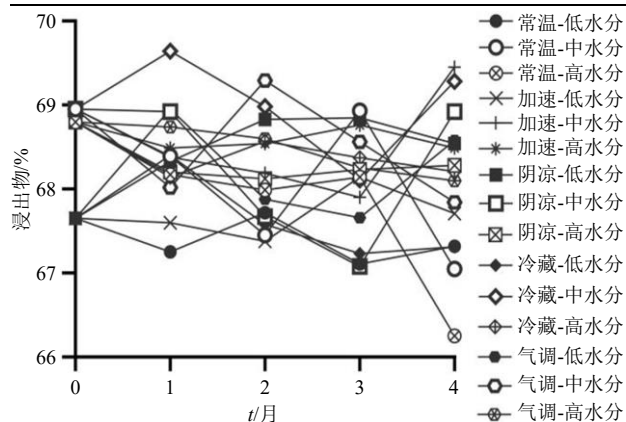


图 3 不同储藏条件下各水分党参片浸出物变化

Fig. 3 Changes of extracts of each moisture content of CRP under different storage conditions

即取出置冷水中冷却，准确加入冰醋酸 5.0 mL，摇匀，放置 30 min，在 536 nm 波长处测定其吸光度（ A ）。以 536 nm 处的 A 值为纵坐标（ Y ），样品质量浓度为横坐标（ X ），得线性回归方程 $Y = 14.554X - 0.0059$, $r = 0.9996$ ，结果表明三七皂苷 R_1 在 20.60~247.20 $\mu\text{g/mL}$ 与 A 值具有良好的线性关系。

2.5.3 供试品溶液的制备 取党参样品粉末 0.2 g，精密称定，置 100 mL 锥形瓶中，加入石油醚（60~90 °C）20 mL，超声提取 20 min，提取 2 次，滤过。滤渣中加入 50%乙醇 20 mL，超声 20 min，提取 2 次，合并滤液，加 50%乙醇定容至 50 mL，即得。

2.5.4 精密度试验 精密移取皂苷对照品溶液 0.5 mL 6 份，按“2.5.2”项下方法测定其 A 值，并计算

A 值的 RSD 值。RSD 值为 0.31%，表明仪器精密良好。

2.5.5 重复性试验 精密称取党参片粉末 0.2 g，共 6 份，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.5.2”项下方法测定其 A 值，并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 1.22%，表明该方法重复性良好。

2.5.6 稳定性试验 精密称取党参片粉末 0.2 g，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.5.2”项下方法于 30 min、1 h、2 h、3 h、4 h、5 h、6 h 时测定其 A 值，并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 1.54%，表明 6 h 内总皂苷稳定性良好。

2.5.7 加样回收率试验 精密称取 6 份已测定含量的党参片粉末 0.2 g，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，分别加入一定量的对照品溶液制得样品，按“2.5.2”项下方法测定其 A 值，并计算其回收率与 RSD 值。加样回收率为 100.7%，RSD 为 1.36%。

2.5.8 党参片总皂苷含量测定 取各党参片按上述方法进行测定，测定结果见图 4。各水分党参片在储藏 4 个月中，总皂苷含量呈先下降后上升的趋势（图 4）。其中以加速变化率较大（低水分党参片为 -30.01%，中水分党参片为 -23.88%，高水分党参片为 -17.91%），低氧气调最稳定（低水分党参片为 3.60%，中水分党参片为 -1.67%，高水分党参片为 8.20%）。储藏 4 个月后，低水分党参片（图 4-A）总皂苷含量：冷藏 > 低氧气调、阴凉 > 常温 > 加速（ $P < 0.01$ ）。中水分党参片（图 4-B）：低氧气调 > 冷藏 > 加速 > 阴凉 > 常温（ $P < 0.01$ ）。高水分党参片（图 4-C）：阴凉 > 冷藏、低氧气调 > 加速 > 常温（ $P < 0.01$ ），冷藏、低氧气调无统计学差异。可见，以总皂苷为指标时，各党参片在低温低湿低氧环境中储藏效果较好，常温储藏效果较差。

2.6 党参总黄酮类成分测定

2.6.1 对照品的制备 取干燥至恒定质量的芦丁对照品 9.03 mg，加体积分数为 70%乙醇，超声使之溶解，并用 70%乙醇定容至 50 mL 量瓶中，摇匀，即得。

2.6.2 线性关系考察 将制备的芦丁对照品溶液精密量取 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL 至量瓶中，分别加入 5% NaNO₂ 溶液 1 mL，混匀并静置 6 min；加入 10% Al(NO₃)₃ 溶液 1 mL，混匀并放置 5 min；再加入 5% NaOH 溶液 10 mL，混匀；最后加入体积分数为 70%乙醇定容至 25 mL，放置 10 min，在 510 nm 处测定 A 值。以 510 nm 处的 A 值为纵坐

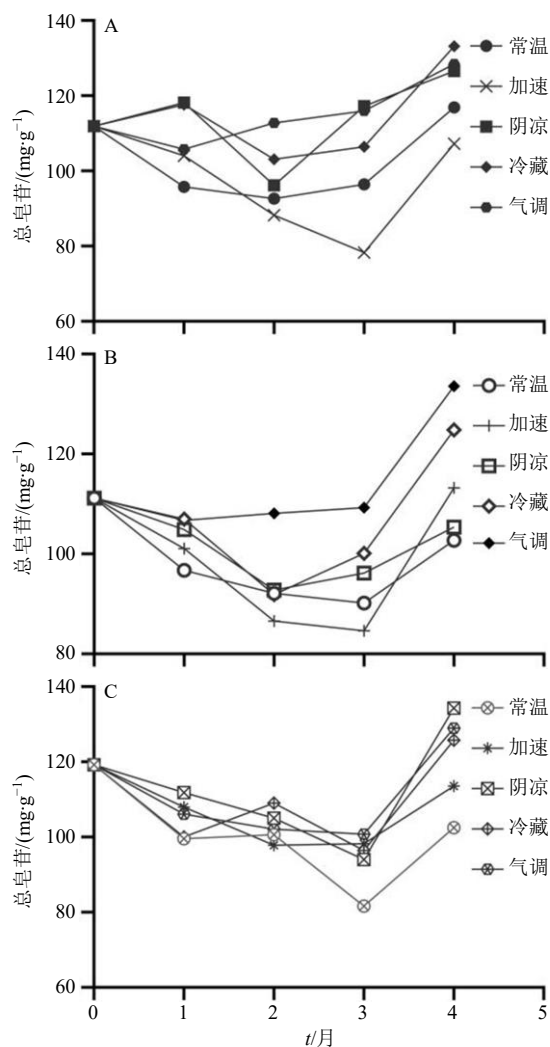


图 4 低 (A)、中 (B)、高 (C) 水分党参片在不同储藏条件下总皂苷含量变化

Fig. 4 Changes in total saponins content of low (A), medium (B), high (C)-moisture CRP under different storage conditions

标 (Y)，样品质量浓度为横坐标 (X)，得线性回归方程 $Y = 6.8423X + 0.0007$ ， $r = 0.9994$ ，结果表明芦丁在 36.12~216.72 $\mu\text{g/mL}$ 与 A 值具有良好的线性关系。

2.6.3 供试品溶液的制备 精密称取 2.00 g 党参粉，按照料液比 1:20 加入体积分数为 80%乙醇，超声提取 30 min，滤过，并获得滤液。将滤液转移到 100 mL 量瓶中定容，得供试品溶液。

2.6.4 精密度试验 精密移取芦丁对照品溶液 2 mL 6 份，按“2.6.2”项下方法测定其 A 值，并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 0.67%，表明仪器精密良好。

2.6.5 重复性试验 精密称取党参片粉末 2 g，共 6

份,按“2.6.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.6.2”项下方法测定其 A 值,并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 1.48%,表明该方法重复性良好。

2.6.6 稳定性试验 精密称取党参片粉末 2 g,按“2.6.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.6.2”项下方法于 0、30、60、90、120、150、180 min 时测定其 A 值,并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 1.38%,表明 180 min 内总黄酮稳定性良好。

2.6.7 加样回收率试验 精密称取 6 份已测定含量的党参片粉末 2 g,按“2.6.3”项下方法制备供试品溶液,分别加入一定量的芦丁对照品溶液制得样品,按“2.6.2”项下方法测定其 A 值,并计算其回收率与 RSD 值。加样回收率为 98.6%,RSD 为 2.14%。

2.6.8 党参片总黄酮含量测定 取各党参片按上述方法进行测定,测定结果见图 5。各水分党参片储藏 4 个月,总黄酮含量变化趋势趋于一致(图 5)。

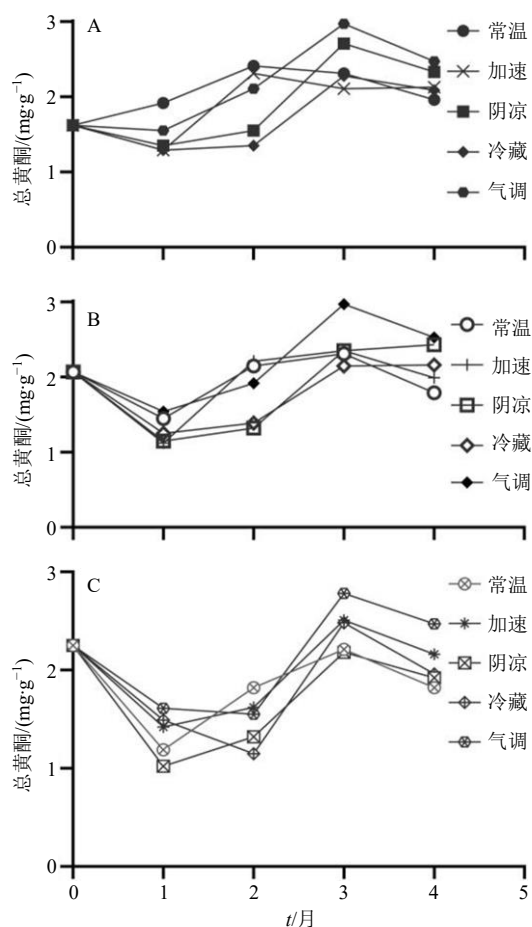


图 5 低 (A)、中 (B)、高 (C) 水分党参片在不同储藏条件下总黄酮含量变化

Fig. 5 Changes in total flavonoids content of low (A), medium (B), and high (C)-moisture CRP under different storage conditions

其中以低氧气调储藏条件下总黄酮含量最高。储藏 4 个月后,低水分党参片的总黄酮含量(图 5-A):低氧气调>阴凉>冷藏、加速、常温 ($P<0.01$),冷藏、加速>常温 ($P<0.05$)。中水分党参片(图 5-B):低氧气调、阴凉>冷藏>加速>常温 ($P<0.01$),低氧气调、阴凉无统计学差异。高水分党参片(图 5-C):低氧气调>加速>阴凉、冷藏>常温 ($P<0.01$),阴凉、冷藏无统计学差异。可见,以总黄酮为指标时,各党参片在低氧气调环境中储藏效果最好。

2.7 党参总糖类成分测定

2.7.1 对照品的制备 取干燥至恒定质量的葡萄糖对照品 4.50 mg,加水溶解,并定容至 5 mL 量瓶中,摇匀,即得。

2.7.2 线性关系考察 精密量取葡萄糖对照品溶液 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 至试管中,加蒸馏水至 2 mL,分别加入 6% 苯酚溶液 1 mL,浓硫酸溶液 5 mL,沸水浴 20 min 后,立即取出,置冷水中冷却,摇匀,在 490 nm 波长处测定其 A 值。以 490 nm 处的 A 值为纵坐标 (Y),样品质量浓度为横坐标 (X),得线性回归方程 $Y=31.748 X+0.0021$, $r=0.9992$,结果表明葡萄糖在 0.09~0.90 mg/mL 与 A 值具有良好的线性关系。

2.7.3 供试品溶液的制备 取党参片粉末 0.2 g,精密称定,置 100 mL 锥形瓶中,加入蒸馏水 20 mL,回流 1 h,提取 2 次,滤过,合并滤液后定容至 50 mL,即得。

2.7.4 精密度试验 精密移取葡萄糖对照品溶液 0.2 mL 6 份,按“2.7.2”项下方法测定其 A 值,并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 0.54%,表明仪器精密度良好。

2.7.5 重复性试验 精密称取党参片粉末 0.2 g,共 6 份,按“2.7.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.7.2”项下方法测定其 A 值,并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 1.29%,表明该方法重复性良好。

2.7.6 稳定性试验 精密称取党参片粉末 0.2 g,按“2.7.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.7.2”项下方法于 0、30、60、90、120、150、180 min 时测定其 A 值,并计算 A 值的 RSD 值。RSD 值为 0.91%,表明 180 min 内党参总糖稳定性良好。

2.7.7 加样回收率试验 精密称取 6 份已测定含量的党参片粉末 0.2 g,按“2.7.3”项下方法制备供试品溶液,分别加入一定量的葡萄糖对照品溶液制得

样品,按“2.7.2”项下方法测定其 A 值,并计算其回收率与 RSD 值。加样回收率为 99.5%,RSD 为 1.28%。

2.7.8 党参片总糖含量测定 取各党参片按上述方法进行测定,测定结果见图 6。党参片在储藏 4 个月中,在加速储藏条件中的各水分党参片总糖含量波动最大,最不稳定,变化率最大(低水分党参片为-22.55%,中水分党参片为-22.16%,高水分党参片为-21.78%),表明高温高湿环境对党参片总糖含量的影响大,而其它储藏条件对各水分党参片的总糖含量影响较小,变化趋势相对平缓。储藏 4 月后,低水分、中水分、高水分党参片(图 6-A、B、C)的总糖含量:低氧气调、阴凉、冷藏>常温>加速

($P<0.01$),其中,低水分、高水分党参片:低氧气调、阴凉、冷藏无统计学差异;中水分党参片:低氧气调>阴凉、冷藏($P<0.01$),阴凉、冷藏无统计学差异。可见,以总糖为指标时,各党参片在高温高湿环境中储藏效果最差,常温次之,而低温低湿低氧储藏效果较好。

2.8 数据分析

2.8.1 饮片水分对党参片储藏效果的影响分析 在对各储藏条件党参片中各成分初步分析的基础上,采用主成分分析(principal component analysis, PCA),进一步分析各水分党参片储藏效果的异同。通过 PCA(图 7)可知,低水分党参片除加速外,其它储藏条件聚集明显,表明低水分党参片比较稳定,在常温、阴凉、冷藏、低氧气调储藏条件下储藏效果一致。而中水分、高水分党参片的储藏条件呈离散状态,表明其不同储藏条件下储藏效果差异较大。且在低氧气调储藏条件下低、中、高水分党参片聚集明显,表明饮片水分在其储藏条件下影响不大。在常温储藏条件下,低、中、高水分党参片最分散,表明饮片水分对其储藏效果影响大。

2.8.2 储藏条件对党参片储藏效果的影响分析 通过 SPSS 24.0 软件对储藏过程中各党参片水分、灰分、浸出物、总皂苷、总黄酮、总糖含量及色度值指标 L^* 、 a^* 、 b^* 、 E 值与其储藏温度、湿度、氧气含量进行相关性分析(表 4),结果表明党参片的水分含量与其储藏湿度成正相关($P<0.05$),说明储藏湿度较高时,党参片就会吸水,含水量提高;储藏湿度较低时,党参片会失水,含水量降低,与本研究结果一致。党参片的色度 L^* 、 E 值与储藏温度、湿度成负相关($P<0.01$), a^* 、 b^* 值与其成正相关($P<0.01$),说明储藏温度、湿度越高的党参片其色泽越深。党参片的总皂苷含量与储藏温度、湿度、氧含量成负相关($P<0.05$),其中湿度影响较大,表明党参片宜储藏于低温低湿低氧环境中。党参片的总黄酮含量与储藏氧含量成负相关($P<0.05$),表明党参片宜储藏于低氧环境中。党参片的总糖含量与储藏温度、湿度成负相关($P<0.01$),表明党参片宜储藏于低温低湿环境中。

3 讨论

党参储藏过程容易发生虫蛀,严重影响临床用药的有效性和安全性。而虫蛀的发生与储藏温度、湿度、氧含量有关,与饮片水分有无关系暂无明确定论。吴晓毅等^[21]认为饮片虫蛀与较低的含水量之

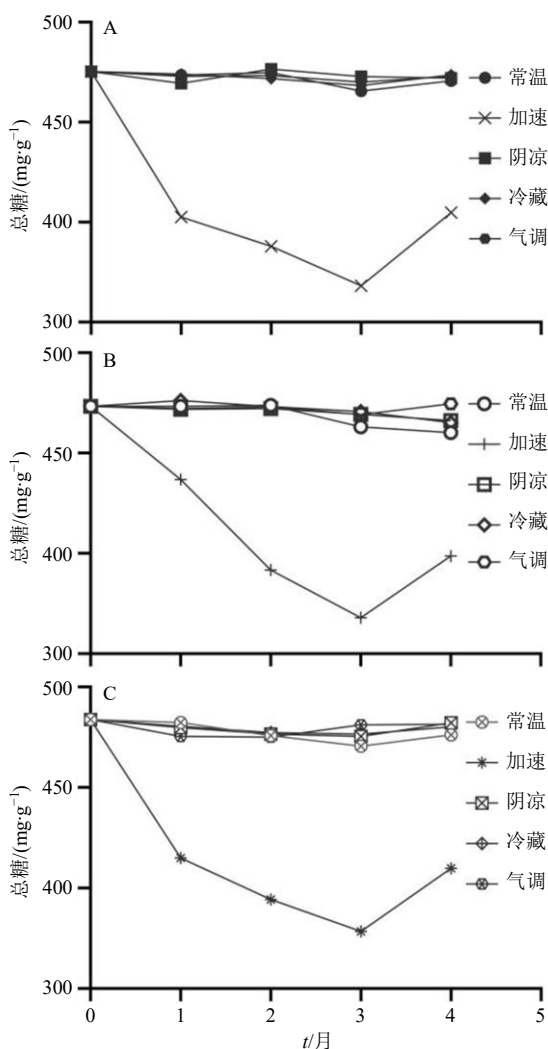


图 6 低 (A)、中 (B)、高 (C) 水分党参片在不同储藏条件下总糖含量变化

Fig. 6 Changes in total sugars content of low (A), medium (B), and high (C)-moisture CRP under different storage conditions

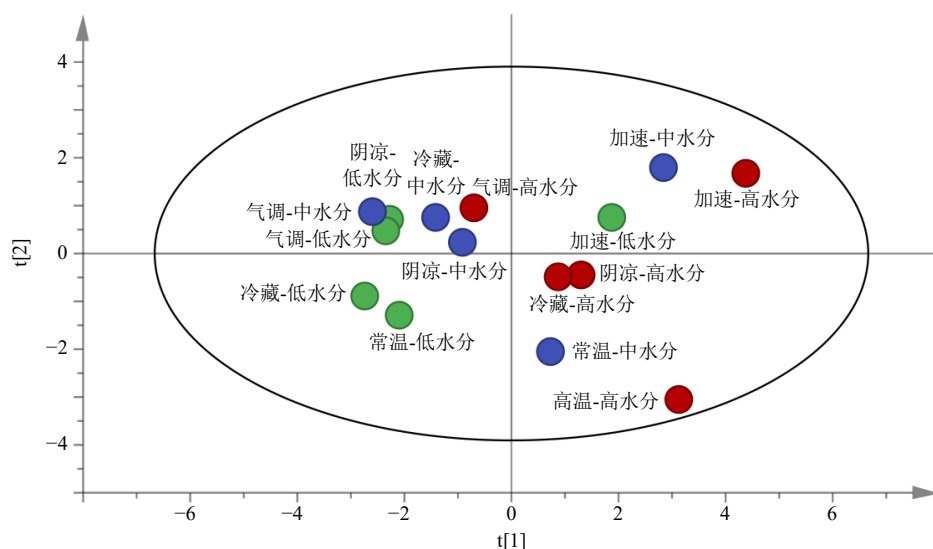


图 7 PCA 得分图

Fig. 7 PCA score chart

表 4 储藏过程中生党参片各成分含量与其水分、储藏条件的相关性分析

Table 4 Correlation analysis between the content of each component of CRP and its moisture and storage conditions during storage

指标	相关系数		
	温度	湿度	氧气
水分	0.192	0.307*	0.242
总皂苷	-0.330*	-0.403**	-0.303*
总黄酮	0.114	-0.161	-0.289*
总糖	-0.771**	-0.705**	-0.254
L^*	-0.503**	-0.485**	-0.207
a^*	0.691**	0.617**	0.219
b^*	0.532**	0.463**	0.163
E	-0.469**	-0.459**	-0.200

“*”表示在 0.05 水平显著相关, “**”表示在 0.01 水平极显著相关

“*” means significant correlation at the 0.05 level, “**” means extremely significant correlation at the 0.01 level

间不存在必然的联系, 在其研究中供试品水分含量均低于 10%, 却发生严重的虫蛀现象; 靳贵林等^[22]认为当党参含水量高于 15% 会发生严重的虫蛀现象, 低于 13% 能有效防止虫蛀的发生。故本研究在符合药典党参片水分规定的前提下制备低、中、高不同水分的党参片, 比较其于常温、阴凉、冷藏 3 个传统储藏条件与低氧气调养护、加速(高温高湿)环境的储藏效果, 探讨饮片水分、储藏条件对其储藏效果的影响。

研究发现, 冷藏、阴凉、加速及低氧气调储藏条件下, 党参片未发生虫蛀, 而常温条件下, 党参

片发生虫蛀。在发生虫蛀的党参片中, 高水分党参片最早出现虫蛀, 且虫蛀程度与速度与党参片水分呈正相关。低水分党参在 2 月发现蛹后就再无变化, 推测可能是外部侵染, 而低水分党参片无法提供其生长所必须的环境, 致使其再无变化。党参富含糖类, 极易发生虫蛀, 会形成孔洞, 产生蛀粉, 有的完全蛀成粉状, 失去药用价值。一方面药材经虫蛀后, 细胞及组织结构疏松, 害虫入侵后遗留的粪便等固体物质渗入到药材当中, 使分子内聚力减小, 表面能降低而减少粉末的再结聚, 因此其成分含量会发生变化^[23]。另一方面, 蛀虫又传播霉菌^[24], 导致药材发霉, 严重的会引起真菌毒素中毒症、降低机体免疫功能、中枢神经系统的损害、甚至引起突变、导致畸形和致癌等严重的安全隐患^[25-26]。党参在加工过程中, 为避免虫蛀, 常采用硫熏法, 但可能会使有效成分下降, 甚至危害健康。因此, 储藏过程中应将党参片干燥, 降低其水分, 储藏于低温、干燥、低氧环境中可避免虫蛀发生。

目前, 党参在《中国药典》2020 年版里仅有性状、鉴别项, 未设定含量测定指标。基于党参化学成分特有性、化学成分有效性及可测性、体内作用等综合分析, 将糖、总黄酮、总皂苷等成分作为党参的药效成分^[27-29], 其成分含量的变化会直接影响其药效。在储藏过程中, 各党参片水分、灰分、浸出物会出现一定波动, 其中, 水分与其储藏湿度有关, 灰分、浸出物与其虫蛀率有关。对于党参的活性成分如总皂苷、总黄酮、总糖含量, 水分对其影响不大, 储藏条件则有较大影响。其中, 储藏温度、

湿度对总皂苷、总糖有影响, 氧含量对总皂苷、总黄酮有影响。储藏过程中, 各党参片的总皂苷、总黄酮、总糖的变化速率取决于各个成分的合成与降解速度, 故导致其出现下降或上升的变化, 这一变化与现有报道^[30-32]相似。但总体而言, 为保障其质量稳定性, 应将其储藏于低温低湿低氧环境中。

综上, 党参储藏过程中易受温度、湿度、氧含量及饮片含水量的影响而导致变质虫蛀, 为预防虫蛀发生, 在常氧条件下应控制其储藏温度不高于 20 °C, 党参片水分低于 10%; 在低氧条件下, 储藏温度、湿度、党参片含水量相对不受限。且储藏时储藏温度、湿度、氧含量、党参片含水量越低其储藏效果越好。但党参片中各化学成分间的转化存在着复杂的过程, 其机制需要进一步探讨。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2020: 293.
- [2] 马竞, 何文龙, 高重阳, 等. 党参多糖介导 Nrf2 通路对缺氧缺血性脑损伤的抗氧化和神经保护作用 [J]. 中国临床解剖学杂志, 2019, 37(4): 403-408.
- [3] Zhang Y D, Wang H L, Zhang L, et al. *Codonopsis lanceolata* polysaccharide CLPS alleviates high fat/high sucrose diet-induced insulin resistance via anti-oxidative stress [J]. *Int J Biol Macromol*, 2020, 145: 944-949.
- [4] Deng X L, Fu Y J, Luo S, et al. Polysaccharide from *Radix Codonopsis* has beneficial effects on the maintenance of T-cell balance in mice [J]. *Biomed Pharmacother*, 2019, 112: 108682.
- [5] 方志娥, 李艳艳, 杨雅淋, 等. 党参总皂苷对人肝癌 SMMC-7721 细胞的抑制作用及其机制 [J]. 中国药房, 2015, 26(10): 1356-1359.
- [6] 尚尧, 李靖文. 党参提取物抗运动性疲劳机制研究 [J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2018, 40(6): 9-14.
- [7] 靳子明, 宋治荣, 窦霞. 党参超微粉对胃溃疡模型大鼠胃黏膜保护作用的研究 [J]. 中国现代应用药学, 2017, 34(5): 659-661.
- [8] 孟瑞丽, 肖淑贤, 王旭峰, 等. 不同储藏方式对党参化学成分影响及与气温因子相关性研究 [J]. 现代农业科技, 2020(13): 216-218.
- [9] 高石曼, 刘久石, 王敏, 等. 湿度对党参药材化学质量稳定性的影响 [J]. 中国现代中药, 2020, 22(4): 596-602.
- [10] 杨梓懿, 石继连, 蒋孟良. 中药饮片小包装气调养护对浸出物、挥发油含量的影响研究 [J]. 湖南中医学院学报, 2002(4): 18-20.
- [11] 王荣祥, 许亮. 中药标本虫蛀防治方法的研究 [J]. 辽宁中医药大学学报, 2008(4): 174-175.
- [12] 梁晓原, 李其光, 李聪, 等. 不同养护技术养护党参的对比研究 [J]. 云南中医学院学报, 1995(2): 5-10.
- [13] 卢萍红. 中药材虫蛀霉变的原因分析与对策 [J]. 中国药业, 2010, 19(24): 68.
- [14] 何媛丽. 气调剂和臭氧处理对贮藏后党参品质的影响研究 [D]. 兰州: 甘肃农业大学, 2016.
- [15] 李辉, 张云凌. 浅谈防治中药虫蛀的方法 [J]. 黑龙江中医药, 2000(3): 54.
- [16] 张万福. 浅谈中药霉变、虫蛀的防治 [J]. 中国医院药学杂志, 1986(11): 39-40.
- [17] 鲁玉杰, 王小莉, 毛婷婷. 温度和相对湿度对印度谷螟生长发育的影响 [J]. 河南工业大学学报: 自然科学版, 2008(5): 42-46.
- [18] 丁双. 中药饮片质量的影响因素及质量控制研究 [J]. 中国中医药现代远程教育, 2018, 16(10): 46-47.
- [19] 石建业, 康彩琴, 董建文, 等. 中药材养护贮藏氮气浓度监测和报警技术研究 [J]. 农业科技与信息, 2020(4): 47-51.
- [20] 中国药典 [S]. 四部. 2020: 114.
- [21] 吴晓毅, 巢志茂, 田怡, 等. 瓜蒌水分含量与印度谷螟为害的相关性研究 [J]. 中国中医药信息杂志, 2011, 18(10): 58-59.
- [22] 靳贵林, 杨春艳, 达瓦, 等. 纹党参多糖、水分含量与虫蛀现象发生的研究 [J]. 西藏科技, 2020(8): 54-57.
- [23] 王智磊, 伍清芳, 刘素娟, 等. GC-MS 结合 AMDIS 及 Kováts 保留指数研究不同虫蛀程度陈皮挥发性成分变化规律 [J]. 中华中医药杂志, 2018, 33(8): 3327-3331.
- [24] 严铸云, 何冬梅, 王海. 展望微生态理论和技术在中药研究中的应用 [J]. 中药与临床, 2017, 8(5): 18-22.
- [25] 陈信云. 药材霉菌萌发原因的分析与防治 [J]. 海峡药理学, 2010, 22(7): 57-59.
- [26] Campbell J F, Arthur F H, Mullen M A. Insect management in food processing facilities [J]. *Adv Food Nutr Res*, 2004, 48: 239-295.
- [27] Li J K, Wang T, Zhu Z C, et al. Structure features and anti-gastric ulcer effects of inulin-type fructan CP-A from the roots of *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. [J]. *Molecules*, 2017, 22(12): 2258.
- [28] 方志娥, 李艳艳, 杨雅淋, 等. 党参总皂苷对人肝癌 SMMC-7721 细胞的抑制作用及其机制 [J]. 中国药房, 2015, 26(10): 1356-1359.
- [29] 刘薇. 潞党参中总黄酮的提取及含量测定 [J]. 质量与安全检验检测, 2020, 30(5): 62-64.
- [30] 史彦斌, 王玉萍, 李琰, 等. 不同养护方法对党参养护效果的研究 [J]. 中药材, 2014, 37(5): 781-784.
- [31] 刘勇. 注射用血栓通质量标准化研究 [D]. 武汉: 湖北中医药大学, 2020.
- [32] 高石曼. 党参药材的质量评价及其免疫调节和造血改善的药效物质基础研究 [D]. 北京: 北京协和医学院, 2020.

[责任编辑 郑礼胜]