

不同包装、储藏处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱

何微微¹, 晋玲^{1,2*}, 王莉¹

(1. 甘肃中医药大学, 兰州 730000; 2. 甘肃中医药大学中(藏)药资源研究所, 兰州 730000)

[摘要] **目的:** 通过 UPLC 指纹图谱评价不同包装、储藏条件对羌活饮片的储藏效果, 明确羌活饮片的适宜包装、储藏条件。**方法:** 建立不同储藏时间、不同包装储藏处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱, 色谱条件为采用 Waters UPLC BEH C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm × 50 mm, 1.7 μm), 流动相 0.3% 磷酸水溶液 (A)-乙腈 (B) 梯度洗脱 (0~4 min, 90%~47% A; 4~8 min, 47% A; 8~12 min, 47%~20% A; 12~16 min, 20% A; 16~18 min, 20%~90% A), 流速 0.2 mL·min⁻¹, 柱温 35 °C, 检测波长 246 nm, 进样量 1.0 μL; 对指纹图谱进行相似度评价、系统聚类分析和主成分分析。**结果:** 相似度评价显示, 不同储存时间、不同包装储藏处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱谱型基本一致, 相似度均 >0.95; 系统聚类显示, 塑料袋包装、光照、阴凉条件下储藏的羌活饮片和初始羌活饮片聚为一类; 主成分分析显示, 塑料袋包装、光照、阴凉条件下储存的羌活饮片综合得分最高。**结论:** 储存时间、包装材料、储藏温度不会引起羌活内在成分的增减, 只是影响具体成分的含量; 塑料袋包装、光照、阴凉条件下储存更适宜于羌活非挥发油类成分的保存。

[关键词] 羌活饮片; 包装; 储藏; 超高效液相色谱; 指纹图谱

[中图分类号] R284.2; R289; R22; R2-031 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2020)06-0144-08

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20200412

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20191106.1736.005.html>

[网络出版时间] 2019-11-07 10:12

UPLC Fingerprint of Notopterygh Rhizoma et Radix Pieces with Different Packaging and Storage Treatments

HE Wei-wei¹, JIN Ling^{1,2*}, WANG Li¹

(1. Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China;

2. Research Institute of Chinese (Tibetan) Medicinal Resources, Lanzhou 730000, China)

[Abstract] **Objective:** Ultra performance liquid chromatography (UPLC) fingerprint was used to evaluate the storage effect of different packaging and storage conditions on Notopterygh Rhizoma et Radix pieces. **Method:** UPLC fingerprints of Notopterygh Rhizoma et Radix pieces with different storage time and packaging conditions were established under following chromatographic conditions: Waters UPLC BEH C₁₈ column (2.1 mm × 50 mm, 1.7 μm), mobile phase 0.3% phosphoric acid solution (A) -acetonitrile (B) for gradient elution (0-4 min, 90%-47% A; 4-8 min, 47% A; 8-12 min, 47%-20% A; 12-16 min, 20% A; 16-18 min, 20%-90% A), flow rate of 0.2 mL·min⁻¹, column temperature at 35 °C, detection wavelength of 246 nm, and injection volume of 1.0 μL. The fingerprints were evaluated in terms of similarity, cluster analysis and principal component analysis. **Result:** The similarity evaluation showed that the UPLC fingerprint patterns of Notopterygh Rhizoma et Radix pieces with different storage time and different packaging and storage treatments were basically the same, and the similarity was above 0.95. Systematic clustering shows that Notopterygh Rhizoma et Radix pieces packaged in plastic bags, stored under light and shade and the initial live-action pieces were clustered into one group. Principal

[收稿日期] 20190423(011)

[基金项目] 国家中医药管理局中药饮片标准化项目(ZYBZH-Y-GS-10); 甘肃省科技计划基础研究创新群体项目(1606RJIA323)

[第一作者] 何微微, 在读硕士, 从事药用植物资源开发利用与保护研究, E-mail: 244290154@qq.com

[通信作者] * 晋玲, 博士, 教授, 从事珍稀濒危和大宗常用中药资源可持续利用研究, E-mail: zxyxjl@163.com

component analysis showed that *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces packaged in plastic bags, stored under light and shade had the highest comprehensive scores. **Conclusion:** Storage time, packaging material and storage temperature will not cause the increase or decrease of internal components of *Notopterygh Rhizoma et Radix*, but only affect the content of specific components. Plastic bag packaging, light and cool storage conditions are more suitable for the preservation of non-volatile oil components of *Notopterygh Rhizoma et Radix*.

[Key words] *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces; package; storage; UPLC; fingerprints

羌活为伞形科植物羌活或宽叶羌活的干燥根茎和根^[1],是中医临床常用解表、祛风湿药,具有良好的镇痛、抗炎、解热、抗心肌缺血等功效^[2-4]。现代药理研究表明,羌活挥发油是其解热、抗炎功效的主要活性物质^[5-6]。但是,由于挥发油含量较高,羌活在储藏过程中极易出现走油、虫蛀等变质现象,严重影响其品质和疗效^[7-9]。因此,研究羌活的适宜包装、储藏条件迫在眉睫。

药材适宜包装、储藏条件研究一般采用长期稳定性实验定期考察药材的各质量指标。但目前的绝大多数研究都以水分、浸出物、含量等作为药材质量指标,忽视了 2015 年版《中国药典》指标之外的有效成分^[10-14]。中药指纹图谱技术作为一种有效的中药质量控制模式,基本能够反映药材的整体质量,使质量控制指标由单一成分上升到对整个药材内在品质的检测^[15]。所以,将指纹图谱技术应用于中药材仓储研究可以深入考察储藏条件对药材整体质量的影响,更利于药材适宜包装、储藏条件的筛选。故本研究建立不同包装、储藏处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱,并进行相似度评价、聚类分析和主成分分析,筛选出羌活饮片的适宜包装、储藏条件,为其合理储藏提供指导和依据。

1 材料

羌活饮片(甘肃陇脉药材有限公司提供,批号 170701),经甘肃中医药大学晋玲教授鉴定为伞形科植物羌活 *Notopterygium inchum* 的干燥根茎和根;经甘肃陇脉药材有限公司检验为蚕羌。

包装材料,牛皮纸凝膜纸袋(康久药业),聚乙烯塑料袋(国药包装总汇药材包装公司,中号),聚乙烯铝箔复合袋(国药包装总汇药材包装公司,中号)。

Thermo Fisher Ultimate 3000 RSLC 型超高效液相色谱仪(包括 XRS 自动进样器,RS 柱温箱,DAD 检测器,Chromeleon7.2 工作站,XRS 高压四元梯度泵,美国赛默飞世尔科技公司);LSC-735 型药品冷藏(阴凉)陈列柜(江苏美百加电气科技有限公司);505 型电动抽充气包装机(大江机械);RRHP-200

型万能高速粉碎机(上海菲力博实业公司);DHG-9123A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海齐欣科学仪器有限公司);AL104 型 1/10 万电子分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司);KH5200B 型超声波清洗机(昆山禾创超声仪器有限公司);F1-ClipTip 型移液枪(Thermo Fisher)。

屈臣氏饮用水(广州屈臣氏食品饮料有限公司);乙腈,甲醇(赛默飞世尔科技中国有限公司,色谱纯);磷酸,无水乙醇(天津市大茂化学厂,分析纯)。对照品异欧前胡素、羌活醇、绿原酸、佛手柑内酯、紫花前胡苷(北京北纳创联生物技术研究院,批号 180620,180326,180310,180320,180308,纯度均 $\geq 98\%$),阿魏酸(上海源叶生物科技有限公司,批号 H25M6L1,纯度 $\geq 98\%$)。

不同包装、储藏处理的羌活饮片:羌活饮片模拟市售包装,每袋 0.1 kg,以高温封口机封口,依据表 1 进行包装和储藏处理,储存期为 1 年(2017-09-20—2018-09-20)。本实验中,常温条件即在室温环境中存放,阴凉、冷藏条件是将药材放入可调温药品柜中,阴凉柜温度设置为 16.8 °C,冷藏柜温度设置为 8.2 °C。

不同储藏时间的羌活饮片:储藏 1 年间每个月(第 1 个月除外)对不同包装、储藏处理的羌活饮片取样 1 次,分别编号,记为不同储藏时间的羌活饮片,每个处理下可获得 12 个储藏时间(储藏 0,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12 个月)的样品。每月取样时间为 20 号;样品编号为包装储藏处理编号-储藏月份,如 CK-12。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用 Waters UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×50 mm,1.7 μm);流动相 0.3% 磷酸水溶液(A)-乙腈(B)梯度洗脱(0~4 min,90%~47% A;4~8 min,47% A;8~12 min,47%~20% A;12~16 min,20% A,16~18 min,20%~90% A);流速 0.2 mL·min⁻¹;柱温 35 °C;检测波长 246 nm,进样量 1.0 μL。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取对照品绿原酸

表 1 羌活饮片包装、储藏方法

Table 1 Packaging and storage methods of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces

No.	包装材料	包装方法	储存条件	No.	包装材料	包装方法	储存条件
CK	无包装	散装	避光/常温	F	聚乙烯塑料袋	密封	避光/阴凉
A	牛皮凝膜纸袋	密封	避光/常温	G	聚乙烯塑料袋	密封	避光/低温
B	牛皮凝膜纸袋	密封	避光/阴凉	K	聚乙烯铝箔复合袋	密封	避光/常温
C	牛皮凝膜纸袋	密封	避光/低温	L	聚乙烯铝箔复合袋	密封	避光/阴凉
D	聚乙烯塑料袋	密封	光照/阴凉	M	聚乙烯铝箔复合袋	密封	避光/低温
E	聚乙烯塑料袋	密封	避光/常温				

注:常温为 0~30 ℃;阴凉为 0~20 ℃;低温为 2~10 ℃;光照即在自然光下储存;避光是用不透光材料遮蔽存放;所有储存环境的湿度控制在 35%~65%。

1.91 mg,阿魏酸 5.99 mg,紫花前胡苷 2.55 mg,佛手柑内酯 5.30 mg,羌活醇 7.57 mg,异欧前胡素 4.21 mg,分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,配成 6 个对照品储备液。精密量取绿原酸、阿魏酸、紫花前胡苷、佛手柑内酯、羌活醇、异欧前胡素对照品储备液各 1 mL,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,配成混合对照品溶液。将上述对照品储备液、混合对照品溶液于 4 ℃ 保存,备用。

2.3 供试品溶液的制备 取羌活药材粉末(过 60 目筛)约 0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,准确加入甲醇 25 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz)30 min,取出,放至室温,用甲醇补足质量,摇匀,滤过,取续滤液过 0.22 μm 微孔滤膜,即得。

2.4 方法学考察

2.4.1 精密度试验 按照 2.3 项下方法制备 CK 样品(储藏 6 个月)供试品溶液,依据 2.1 项下色谱条件连续进样 6 次,记录色谱图,并以异欧前胡素为参照峰计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD。结果显示,各共有峰的相对保留时间 RSD 均 < 0.3%,相对峰面积 RSD 均 < 3.9%;将 6 次进样所得图谱进行相似度分析,结果图谱相似度均 > 0.99,表明仪器精密度良好。

2.4.2 重复性试验 取 CK 样品(储藏 6 个月)粉末 6 份,每份 0.2 g,按照 2.3 项下方法制备供试品溶液,再按 2.1 项下色谱条件分别进样测定,记录色谱图,并计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD。结果显示,各共有峰的相对保留时间 RSD 均 < 0.5%,相对峰面积 RSD 均 < 4.6%;将所得图谱进行相似度分析,结果图谱相似度均 > 0.99,表明该方法重复性良好。

2.4.3 稳定性试验 按照 2.3 项下方法制备 CK

样品(储藏 6 个月)供试品溶液,分别于制备后的 0, 3, 6, 12, 18, 24 h 依据 2.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图,并计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积 RSD。结果显示,共有峰相对保留时间 RSD 均 < 0.7%,相对峰面积 RSD 均 < 4.9%。将所得图谱进行相似度分析,结果图谱相似度均 > 0.99,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

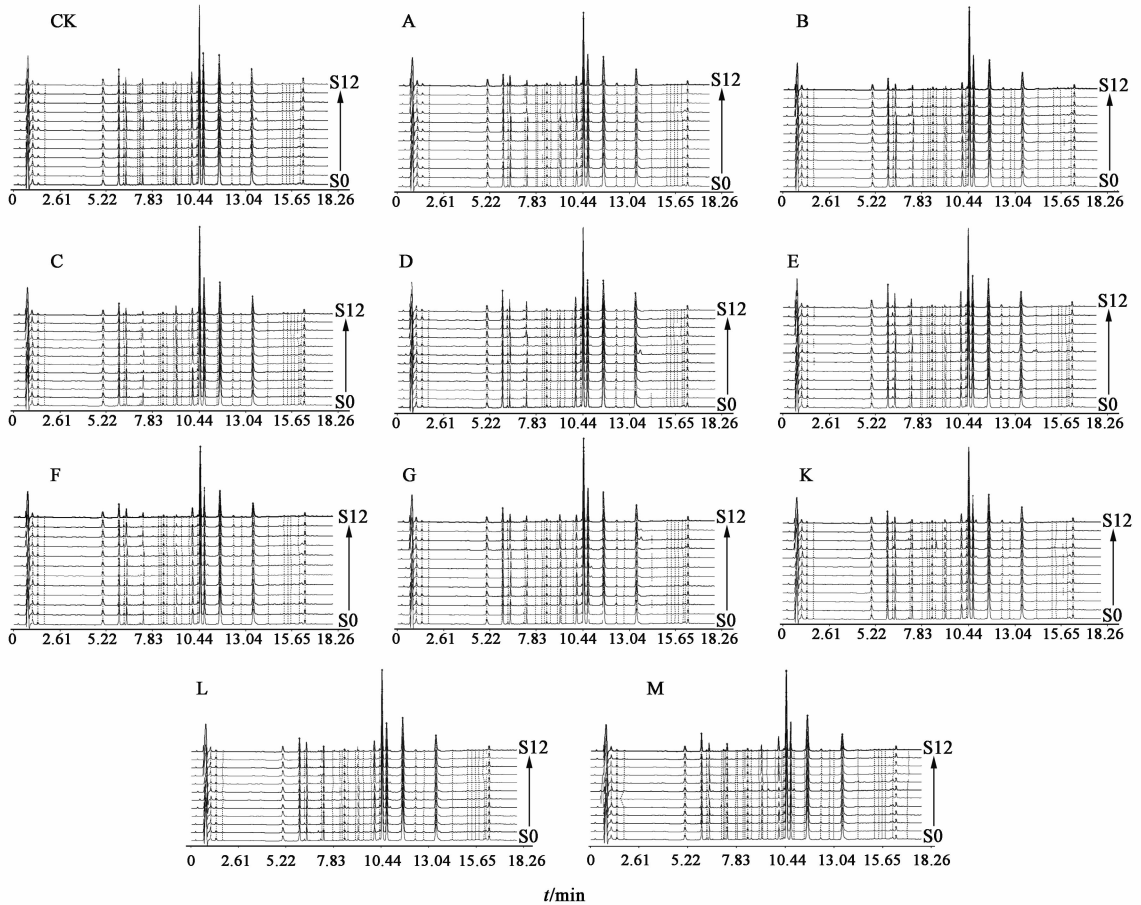
2.5 羌活指纹图谱的建立

2.5.1 不同储藏时间羌活饮片的指纹图谱 将不同储藏时间的羌活饮片样品按照 2.3 项下方法制备供试品溶液,然后按照 2.1 项下色谱条件进行检测,记录液相图谱。将所得色谱图分别导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版)”进行评价,生成各处理下不同储藏时间羌活饮片的 UPLC 指纹图谱,见图 1。以处理前(储存 0 个月)的样品图谱为参照图谱,进行多点校正并自动匹配,设定时间窗宽度为 0.1 min,按中位数法生成对照图谱,得到不同储存时间羌活饮片指纹图谱相似度见表 2。

图 1 显示,同一处理下,不同储藏时间的羌活饮片指纹图谱谱型基本一致,但峰高有所不同。表 2 也显示,同一包装、储藏处理下,不同储藏时间羌活饮片的图谱相似度极高,基本都在 0.961~0.998。该结果表明 1 年储藏期间羌活饮片的内在成分种类基本未改变,但具体成分的含量随储藏时间发生了升降变化。

2.5.2 不同包装、储藏条件下的羌活饮片指纹图谱

取储藏 12 个月的不同包装、储藏处理的羌活饮片样品,按照 2.3 项下方法制备供试品溶液,然后按照 2.1 项下色谱条件进行检测,记录液相图谱。将所得色谱图分别导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版)”进行评价,生成不同包装、储藏条件下羌活饮片的 UPLC 指纹图谱,见图 2。以处理前



S0 ~ S12. 储藏时间 0 ~ 12 个月

图 1 不同储藏时间羌活饮片的 UPLC 指纹谱

Fig. 1 UPLC fingerprint of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces in different storage time

(储存 0 个月) 的样品图谱为参照图谱, 进行多点校正并自动匹配, 设定时间窗宽度为 0.1 min, 按中位数法生成对照图谱, 得到不同包装、储藏条件的羌活饮片指纹图谱相似度在 0.988 ~ 0.997。

2.5.3 共有峰的标定及指认 对不同包装、储藏条件的 11 份羌活饮片样品 (储藏 12 个月) 进行指纹图谱研究, 共获得 38 个共有峰。设 CK-0 为参照图谱, 将其与 2.2 项下混合对照品进行比对, 共指认出 6 个共有峰, 分别为绿原酸 (2 号峰), 阿魏酸 (4 号峰), 紫花前胡苷 (5 号峰), 佛手柑内酯 (16 号峰), 羌活醇 (25 号峰), 异欧前胡素 (28 号峰)。具体结果见图 3。

2.6 不同包装、储藏条件下的羌活饮片指纹图谱聚类分析 从不同包装、储藏条件的羌活饮片 (储藏 12 个月) 指纹图谱共有峰中选取峰面积大于总峰面积 1.5% 的色谱峰作为指纹特征峰, 共得到 11 个特征峰。将不同包装、储藏条件的羌活饮片指纹特征峰峰面积导入 SPSS 21.0 软件进行系统聚类分析。

采用中位数聚类法, 以夹角余弦为度量, 聚类结果见图 4。

由图 4 可知, 不同包装、储藏条件的羌活饮片样品被聚为三大类, 第一类包括样品初始样品 (0), E, D; 第二类包括样品 M, L; 第三类包括样品 F, A, CK, G, C, B。该结果显示, 同种材料包装的羌活饮片样品基本聚为一类, 如 D, E 都以塑料袋包装, M, L 都以铝塑复合袋包装, A, B, C 都以牛皮纸袋包装, 表明包装材料对羌活饮片质量的影响较大; 储藏 12 个月后的样品 D, E 能与初始样品 0 聚为一类, 说明这两种包装、储藏处理方法能较好的保存羌活饮片的品质。

2.7 不同包装、储藏条件下的羌活饮片指纹图谱主成分分析 用 SPSS 21.0 软件对不同包装、储藏条件下羌活饮片样品 (储藏 12 个月) 的 11 个特征峰峰面积值进行标准化处理, 得到 11 组标准化参量, 组成样品数目 × 参量数目的数据矩阵, 对其进行主成分分析。根据得到的主成分特征值、累积贡献率

表 2 不同储藏时间羌活饮片的指纹图谱相似度

Table 2 Fingerprint similarity of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces in different storage time

No.	CK	A	B	C	D	E	F	G	K	L	M
X-0	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
X-2	0.983	0.983	0.985	0.997	0.996	0.991	0.988	0.997	0.983	0.982	0.977
X-3	0.981	0.981	0.996	0.996	0.993	0.980	0.981	0.976	0.985	0.998	0.997
X-4	0.992	0.992	0.993	0.992	0.996	0.996	0.996	0.994	0.996	0.987	0.981
X-5	0.982	0.982	0.996	0.982	0.988	0.993	0.987	0.998	0.993	0.992	0.985
X-6	0.987	0.987	0.985	0.997	0.996	0.987	0.987	0.984	0.988	0.988	0.986
X-7	0.997	0.997	0.998	0.990	0.989	0.997	0.984	0.984	0.988	0.987	0.985
X-8	0.994	0.994	0.994	0.979	0.998	0.996	0.992	0.993	0.976	0.997	0.997
X-9	0.997	0.997	0.993	0.997	0.996	0.992	0.993	0.976	0.985	0.997	0.998
X-10	0.987	0.987	0.995	0.987	0.994	0.997	0.994	0.990	0.992	0.996	0.988
X-11	0.997	0.997	0.988	0.990	0.996	0.988	0.961	0.993	0.978	0.989	0.970
X-12	0.993	0.993	0.987	0.987	0.997	0.994	0.996	0.990	0.989	0.994	0.997
X-R	0.991	0.994	0.993	0.993	0.996	0.994	0.990	0.990	0.990	0.992	0.987

注:为方便展示相似度结果,本表中样品编号(No.)以“X-储藏月份”标识,X即CK和A~G,K~M,与各列表头编号对应。

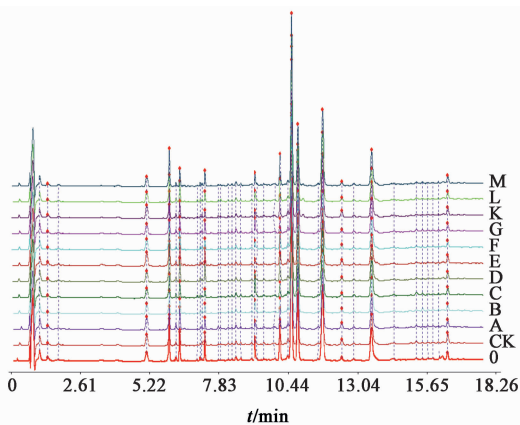
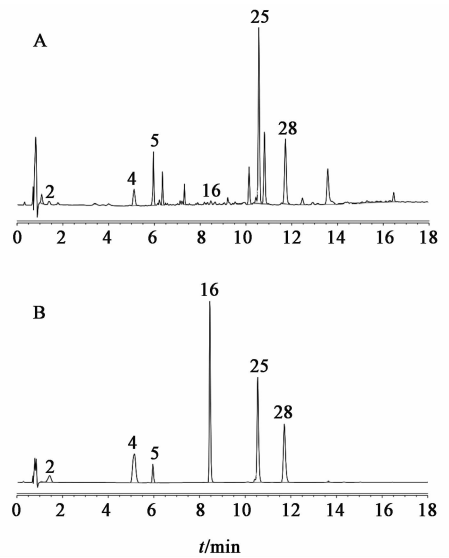


图 2 不同包装、储藏条件的羌活饮片(储藏 12 个月)UPLC 指纹谱
Fig.2 UPLC fingerprint of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces (stored for 12 months) under different packaging and storage conditions

以及主成分综合得分,评价不同包装、储藏条件对羌活饮片的储藏效果。

2.7.1 主成分特征值及贡献率 通过因子分析,得到主成分的特征值及方差贡献率见表 3,成分特征值碎石图见图 5。由表 3 和图 5 可知,以特征值 > 1 为原则,能提取出 3 个主成分因子,其积累贡献率为 83.358% > 80%,即这 3 个因子能够反映样品 80% 以上的质量信息。故选取这 3 个主成分因子为指标,对不同包装、仓储处理的羌活饮片进行质量评价。

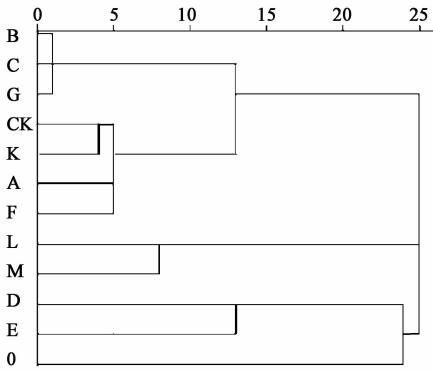
为了使提取的主成分能够更加清晰、全面、集中



A. 样品;B. 混合对照品;2. 绿原酸;4. 阿魏酸;5. 紫花前胡苷;16. 佛手柑内酯;25. 羌活醇;28. 异欧前胡素

图 3 羌活饮片的 UPLC 色谱
Fig. 3 UPLC controlled atlas of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces

地反映原始数据所包含的信息,以最大方差法对变量进行正交旋转^[16],得到旋转后的成分矩阵,结果见表 4。以 3 个主成分因子为变量绘制载荷图,结果见图 6。结合表 4 和图 6 可知,主成分 1 信息主要来自紫花前胡苷、羌活醇和特征峰 4,5,7,9,主成分 2 信息主要来自于阿魏酸、羌活醇、异欧前胡素和特征峰 6,11,主成分 3 信息主要来自于特征峰 1。



0 代表初始样品,即未包装、储藏的样品

图 4 不同包装、储藏条件的羌活饮片样品系统聚类分析

Fig. 4 Clustering analysis of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces under different packaging and storage conditions

表 3 主成分的特征值和方差贡献率

Table 3 Characteristic value and variance contribution rate of principal component

主成分	特征值	方差贡献率/%	积累贡献率/%
1	4.926	44.783	44.783
2	3.083	28.029	72.811
3	1.160	10.547	83.358

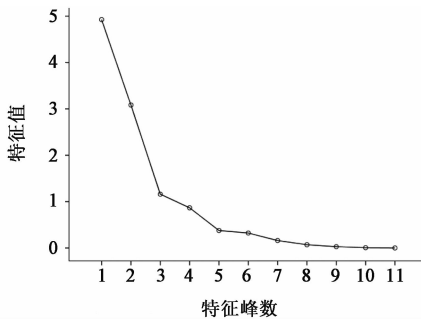


图 5 特征值碎石

Fig. 5 Characteristic value gravel map

2.7.2 质量综合评价 以 X_1, X_2, X_3 代表 3 个主成分,根据表 4 信息,得出各主成分的线性关系表达式分别为 $X_1 = 0.096F_1 + 0.094F_2 + 0.925F_3 + 0.815F_4 + 0.883F_5 - 0.167F_6 + 0.933F_7 - 0.615F_8 - 0.686F_9 + 0.022F_{10} - 0.063F_{11}$; $X_2 = 0.230F_1 - 0.700F_2 - 0.018F_3 - 0.241F_4 + 0.051F_5 + 0.830F_6 + 0.049F_7 + 0.693F_8 + 0.410F_9 + 0.913F_{10} + 0.841F_{11}$; $X_3 = 0.941F_1 - 0.447F_2 - 0.001F_3 + 0.128F_4 + 0.366F_5 + 0.403F_6 - 0.274F_7 - 0.148F_8 + 0.137F_9 - 0.153F_{10} + 0.283F_{11}$ (表达式中的变量 F 是标准化后的变量)。将上述表达式与表 3 中所对应的 3 个主成

表 4 旋转后的成分矩阵

Table 4 Rotating component matrix

特征峰	成分		
	1	2	3
Zscore(F_1)	0.096	0.230	0.941
Zscore(F_2)阿魏酸	0.094	-0.700	-0.447
Zscore(F_3)紫花前胡苷	0.925	-0.018	-0.001
Zscore(F_4)	0.815	-0.241	0.128
Zscore(F_5)	0.883	0.051	0.366
Zscore(F_6)	-0.167	0.830	0.403
Zscore(F_7)	0.933	0.049	-0.274
Zscore(F_8)羌活醇	-0.615	0.693	-0.148
Zscore(F_9)	-0.686	0.410	0.137
Zscore(F_{10})异欧前胡素	0.022	0.913	-0.153
Zscore(F_{11})	-0.063	0.841	0.283

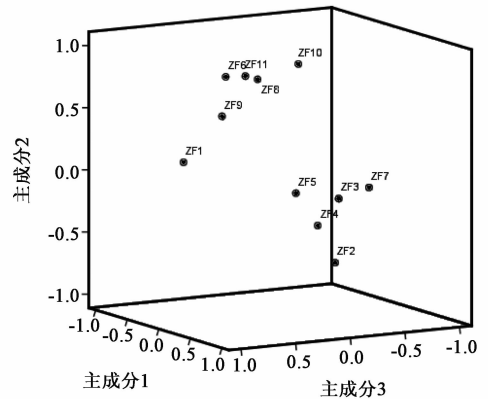


图 6 主成分载荷

Fig. 6 Principal component load map

分的方差贡献率做内积,得到不同包装、储藏条件的羌活饮片质量综合评价函数表达式 $X_{\text{综合得分}} = (44.783X_1 + 28.029X_2 + 10.547X_3)/83.358$ 。根据以上表达式计算得到不同包装、储藏条件的羌活饮片得分值和分值排序,结果见表 5。

由表 5 可知,不同包装、储藏条件的 11 份羌活饮片(储藏 12 个月)综合得分排序为 $D > M > E > L > G > F > C > CK > A > B > K$ 。综合得分越高表示药材样品整体质量越好^[17],即储藏 1 年后,D 处理(塑料袋包装、光照、阴凉储藏)下的羌活饮片品质最好,其次是 M(铝塑复合袋包装、避光、低温储藏),再次是 E(塑料袋包装、避光、常温储存);综合得分也从侧面反映出,包装材料类型对羌活饮片的质量影响较大,塑料袋(D, E, F, G)的保质效果整体较好,而纸袋包装(A, B, C)

表 5 不同包装、储藏处理羌活饮片的主成分得分、综合得分与排序
Table 5 Principal component scores, comprehensive scores and ranking of *Notopterygh Rhizoma et Radix* pieces treated by different packaging and storage

No.	X_1	X_2	X_3	$X_{\text{综合得分}}$	排序
CK	-0.355	-2.852	-1.500	-1.339	8
A	-0.704	-2.835	-0.105	-1.345	9
B	-5.300	2.060	0.604	-2.078	10
C	-6.595	6.592	1.696	-1.112	7
D	5.432	-0.754	2.700	3.006	1
E	6.858	-6.484	-2.484	1.190	3
F	1.035	-3.702	-0.674	-0.774	6
G	-3.078	2.332	1.776	-0.645	5
K	-3.234	-1.316	-3.288	-2.596	11
L	-0.313	-0.289	-0.727	-0.357	4
M	1.553	4.159	0.068	2.242	2

的样品质量整体较差。以上结果与聚类分析结果基本吻合。

3 讨论

建立色谱方法前,对流动相的组成(水-乙腈,水-甲醇,水-乙腈-甲醇,磷酸-乙腈),磷酸的体积分数(0.1%,0.2%,0.3%),流速(0.1,0.15,0.2 mL·min⁻¹),柱温(25℃,30℃,35℃)和检测波长(246,254,310,330 nm)进行了考察,发现以0.3%磷酸-乙腈为流动相、流速为0.2 mL·min⁻¹,柱温35℃,检测波长246 nm时,羌活饮片样品的指纹图谱出峰数量多、峰型优美、出峰时间短,且其主要成分有机酸、香豆素类有较强的吸收。因此,确定此条件为本研究的液相色谱条件。

本实验建立了不同储藏时间、不同包装储藏处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱,这与前人所建立的不同商品规格羌活药材的 HPLC 指纹图谱^[18]、不同批次羌活药材的色谱指纹图谱^[19]、以及不同产地羌活药材的色谱指纹图谱^[20]完全不同。一方面,本研究将指纹图谱的应用范围从传统的产地划分、规格等级划分拓展到了对不同处理药材的质量评价,这种应用拓展并不只局限于不同的包装储藏研究,也适用于不同的栽培方法、不同的加工方式、不同的养护方法等不同处理下药材品质的研究。另一方面,先前的羌活指纹图谱研究都以高效液相色谱(HPLC)指纹图谱为主,图谱出峰时间长,基本维持在60~120 min^[18-20],不宜用于大批量检测,而本研究首次建立了羌活的超高效液相色谱(UPLC)指纹

图谱方法,将羌活指纹图谱出峰时间控制在18 min,方法快捷、高效。

系统聚类和主成分分析结果都显示,塑料袋包装、光照、阴凉条件下储存的羌活饮片在储藏12个月后质量最好。此结论中“光照储存质量好”似乎与传统认为的“羌活应该避光储藏”不符。“避光储藏”论认为羌活受日光长久照射会散失挥发油、降低质量,因此要避光储藏^[21]。但本研究建立的是羌活非挥发性成分的指纹图谱,并未考虑羌活挥发油的变化,所以研究结果与传统经验有所不同,即塑料袋包装、光照、阴凉条件下储存能较好地保存羌活的非挥发性成分。当然,实际生产中储藏羌活时还是要从羌活的总体质量出发,保存其主要药效物质。研究表明,羌活的主要药效成分是挥发油和香豆素类化合物,其总挥发油具有明显的抗炎和镇痛作用^[3,22]。所以,从保存药效、减少挥发油散失的角度考虑,羌活还是应该“避光储存”。

4 结论

本研究建立了不同储存时间、不同包装储存处理羌活饮片的 UPLC 指纹图谱质量评价模型。相似度评价表明,储存时间、包装材料、储藏温度不会引起羌活内在成分的增减,只是影响具体成分的含量;聚类分析和主成分分析显示,包装材料对羌活饮片质量的影响较大,其中塑料袋的保质效果较好;塑料袋包装、光照、阴凉条件下储存更适宜于羌活非挥发油类成分的保存。

[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,2015:182.
- [2] 刘庆林. 羌活药对的临床应用探微[J]. 湖南中医杂志,2016,32(6):151-152.
- [3] 陈智煌,廖华军,刘晨,等. 羌活挥发油的 GC-MS 分析及其抗炎镇痛的药理作用初探[J]. 海峡药学,2015,27(8):20-23.
- [4] 张明发,沈雅琴. 羌活药理学研究[J]. 中国执业药师,2008(5):28-30.
- [5] 李扬,王丽峰,刘科攀,等. GC-MS 考察羌活、独活及其药对中挥发油透皮成分及透皮效果[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(18):46-51.
- [6] 张东佳,彭云霞,魏莉霞,等. 羌活挥发油研究进展[J]. 中国民族民间医药,2018,27(24):66-70.
- [7] 张亚军,谢放,张育,等. 羌活化学成分的研究进展[J]. 湖南农业科学,2017(4):124-126.
- [8] 秦春怡. 浅析中药饮片的储存与养护[J]. 贵阳中医学院学报,2014,36(1):106-107.

- [9] 张西玲. 中药养护学[M]. 北京:中国中医药出版社, 2005:165.
- [10] 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.
- [11] 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.
- [12] 骆骄阳,周文菊,李坤伦,等. 不同储藏环境和包装形式对陈皮质量的影响[J]. 中国中药杂志,2018,43(5):985-992.
- [13] 何颖,杨继宏. 不同包装方式对佩兰挥发油含量的影响[J]. 山西中医,2017,33(1):42-43.
- [14] 张亚梅,张普照,陈斌,等. 党参小包装饮片养护方法研究[J]. 安徽农业科学,2015,43(33):180-183.
- [15] 刘文,蒋世云. 中药指纹图谱研究与应用进展[J]. 中国药房,2011,22(19):1819-1822.
- [16] 王悦云,王雪飞,陈小秀,等. 基于主成分分析和聚类分析研究贵州不同产地粗毛淫羊藿指纹图谱[J]. 种子,2018,37(9):5-11.
- [17] 朱星宇,陈勇强. SPSS 多元统计分析方法及应用[M]. 北京:清华大学出版社,2005:241-247.
- [18] 郭慧清,李娅琦,王梓轩,等. 不同商品规格羌活药材的 HPLC 指纹图谱分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018,24(24):1-5.
- [19] 古丽娜·沙比尔,崔亚君,郭慧,等. 羌活药材的色谱指纹图谱研究[J]. 中国中药杂志,2007,32(1):30-33.
- [20] 李英梅,王东,宋爽,等. 羌活 HPLC 指纹图谱研究[J]. 辽宁中医药大学学报,2013,15(7):68-70.
- [21] 游加赏,卢榜华. 中药饮片在贮存保管中常见的变异现象及防治方法[J]. 海峡药学,1997(4):70-71.
- [22] 刘庆林. 羌活药对的临床应用探微[J]. 湖南中医杂志,2016,32(6):151-152.

[责任编辑 顾雪竹]