

不同贮存环境下砂仁粉有效成分的变化

吴科荣*, 付刚剑, 谢伟

(江中食疗科技有限公司, 九江 332000)

摘要: 目的 为了防止砂仁粉中乙酸龙脑酯等挥发油成分在贮存过程的挥发损耗, 制定出合理且有效的砂仁粉贮存条件及贮存有效期, 从而提高终端产品质量的稳定性与食效。**方法** 每周对不同贮存环境 [高温 (35°C)、阴凉 (10~15°C) 和冷藏 (0~5°C)] 下的砂仁粉取样, 分别进行乙酸龙脑酯和挥发油含量测定, 最后根据含量结果进行趋势分析。**结果** 实验结果表明, 砂仁粉在不同贮存条件下的乙酸龙脑酯含量和挥发油含量相差较大, 冷藏贮存条件下的砂仁粉乙酸龙脑酯含量和挥发油含量稍高于阴凉条件, 但均明显高于高温贮存条件。**结论** 研究结果针对砂仁粉在不同贮存条件下的主要成分变化情况进行深入分析, 为企业选择砂仁粉的贮存方法提供重要参考依据。

关键词: 砂仁粉; 贮存条件; 乙酸龙脑酯; 挥发油

Changes of effective components of *Amomum villosum* powder in different storage environments

WU Ke-Rong*, FU Gang-Jian, XIE Wei

(Jiangzhong Diet Therapy Technology Co., Ltd., Jiujiang 332000, China)

ABSTRACT: Objective In order to prevent the volatilization loss of volatile oil components such as bornyl acetate in *Amomum villosum* powder during storage, a reasonable and effective storage conditions and storage validity period of *Amomum villosum* powder were developed, so as to improve the quality stability and food efficiency of terminal products. **Methods** The samples of *Amomum villosum* powder in different storage environments [high temperature (35°C), cool (10~15°C) and cold storage (0~5°C)] were sampled every week, and the contents of bornyl acetate and volatile oil were determined respectively. Finally, the trend analysis was carried out according to the content results. **Results** According to the experimental results, the contents of bornyl acetate and volatile oil in *Amomum villosum* powder under different storage conditions were quite different. The contents of bornyl acetate and volatile oil in *Amomum villosum* powder under cold storage conditions were slightly higher than those under shade conditions, but they were significantly higher than those under high temperature storage conditions. **Conclusion** The research results provide an in-depth analysis of the changes in the main components of *Amomum villosum* powder under different storage conditions, providing important reference for enterprises to choose the storage method of *Amomum villosum* powder.

KEY WORDS: *Amomum villosum* powder; storage conditions; bornyl acetate; volatile oil

0 引言

中药砂仁是姜科植物阳春砂和海南砂的干燥成熟果实, 以

广东省阳春市产的阳春砂最著名。气芳香而浓烈, 味辛凉、味苦。砂仁性辛、温、归脾胃肾经, 有化湿开胃、温脾止泻、理气安胎之功效^[1]。

* 通信作者: 吴科荣, 主管药师, 检验主管, 研究方向: 质量检验。E-mail: wkr@jzsl.net

*Corresponding author: WU Ke-Rong, Pharmacist in Charge, Inspection Supervisor, Jiangzhong Diet Therapy Technology Co., Ltd., Jiujiang 332000, China. E-mail: wkr@jzsl.net

砂仁粉为姜科植物阳春砂、绿壳砂干燥成熟果实的加工炮制品^[2]。现代药理学研究亦表明,砂仁对消化系统也有一定的作用,主要对胃肠道动力有影响,同时也有镇痛抗炎的作用,这些作用都与砂仁种子团的挥发油以及挥发油中的主要成分——乙酸龙脑酯有关^[3]。

根据对国内中药材加工商、食品加工企业的调查,目前,多数企业贮存砂仁粉的方法是使用编织袋直接高温贮存,随着外界环境的变化,特有的气味越来越淡,其有效成分大部分随着温度过高已经挥发殆尽,失去了原有的食疗功效。考虑到砂仁有效成分为易挥发性物质,放置时间越久,有效成分含量越低,气味越来越淡,最终会影响到终端产品的口感变化及食欲。

为了防止砂仁粉中乙酸龙脑酯等挥发油成分在贮存过程的挥发损耗,本文旨在制定出合理且有效的砂仁粉贮存条件及贮存有效期,从而提高终端产品质量的稳定性与食欲。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

7890B 气相色谱仪 [安捷伦科技(中国)有限公司]、KQ-5WDE 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、ML204T、XS105 分析天平 [梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]、QPA-08LP 空气发生器(上海全浦科学仪器有限公司)、H2O-CPFCO-1 超纯水仪(上海和泰仪器有限公司)、BPX-272 电热恒温培养箱(上海博迅实业有限公司医疗设备厂)、YC-300L 冷藏柜(中科美菱低温科技股份有限公司)。

1.1.2 试验试剂

纯化水(超纯水仪)、无水乙醇(AR, 500 mL)、甲苯(AR, 500 mL);高纯氢气(99.999%, 40 L)、高纯氮气(99.999%, 40 L)、乙酸龙脑酯对照品(20 mg)购于中国药品生物制品检定院;砂仁粉为砂仁药材打粉所得。

1.2 实验方案

1.2.1 总体思路

对于贮存环境:考虑到一年四季温度的变化,特制定三个温度环境进行:高温(35℃)、阴凉(10~15℃)和冷藏(0~5℃)。对于有效成分:参考《中华人民共和国药典》^[4]一部中砂仁药材检验指标,特选择具有挥发性的挥发油含量和乙酸龙脑酯含量进行测定。每周对不同贮存环境下的砂仁粉取样进行有效成分的含量测定。对于包装方式,本次实验选择聚乙烯 PE 袋扎带封口。

1.2.2 试验样品制备

砂仁药材打粉后,用聚乙烯 PE 袋装好 3 份实验样品,扎带扎紧。

1.2.3 贮存环境准备

设定一台电热恒温培养箱温度为 35℃,模拟高温(35℃)贮存环境;阴凉留样室设定温度 15℃,模拟阴凉(10~15℃);设定一台冷藏柜温度为 4℃,模拟冷藏(0~5℃)贮存环境;将上述 3 份试验样品分别置于三个环境下贮存。

1.2.4 具体实验要求

每周对不同贮存环境下的砂仁粉取样进行挥发油含量和乙酸龙脑酯含量测定,考虑到乙酸龙脑酯含量结果计算需扣除水分,故每周所取砂仁粉还需同步进行蒸馏法水分测定。最后根据实验数据进行分析总结。

1.3 含量测定方法

1.3.1 挥发油含量测定方法

(1) 测定方法

精密称取砂仁粉 M 约 30~40 g 于 1000 mL 烧瓶内,加入 500 mL 纯化水及数粒玻璃珠,按《中华人民共和国药典》(通则 2204 挥发油测定法^[5])所配的示图,将烧瓶放入电热套内,然后将挥发油提取管插入 1000 mL 烧瓶口旋紧,再使用铁架台固定接好冷却水的直行冷凝管和挥发油提取管接口处,从冷凝管上端加入纯化水,并使纯化水充满挥发油提取管的刻度部分,并溢流进入烧瓶为止。开启电热套电源,调节旋钮缓缓加热至水沸腾,并始终保持微沸约 5 h,直至挥发油全部蒸馏出,且测定器中油量不再增加,关掉电源,停止加热,放置 1 h,打开测定器下端活塞,将油层下端凹液面调整至零刻度线,读取挥发油体积 V。

(2) 计算公式:挥发油含量 % = $V \times 100 / M$

1.3.2 乙酸龙脑酯含量测定方法(气相色谱法)

(1) 溶液的制备

对照品溶液的制备:精密称取乙酸龙脑酯对照品约 10 mg 于 25 mL 容量瓶中,加无水乙醇溶解后,稀释定容至刻度,摇匀,即得。该对照溶液每 1 mL 约含 0.4 mg 乙酸龙脑酯的。

供试品溶液的制备:精密称取砂仁粉末约 1 g 于 100 mL 具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 25 mL,密塞,称定重量,超声波超声处理 30 min,放冷至室温,然后用无水乙醇补足减失的重量,摇匀,滤纸过滤,取续滤液,0.45 μm 微孔滤头过滤至进样小瓶,即得。

(2) 色谱条件

按照气相色谱法(通则 0521^[6])测定。

色谱条件与系统适用性试验:SE-30 毛细管柱(100% 二甲基聚硅氧烷为固定相)(柱长为 30 m,内径为 0.32 mm,膜厚度为 0.25 μm);柱温 100℃,进样口温度 230℃,检测器(FID)

温度 250℃；分流比为 10:1。理论板数按乙酸龙脑酯峰计算应不低于 10000^[7]。

(3) 上机测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μL，注入气相色谱仪，测定，即得。

(4) 计算公式：乙酸龙脑酯含量 % = $A_{供} \times C \times 25 \times 10^3 \times 100 / [A_{对} \times M (1 - \text{水分})]$ ，其中， $A_{供}$ 为样品峰面积， C 为对照品浓度， $A_{对}$ 为对照峰面积， M 为样品重量。

1.3.3 水分测定方法

(1) 水分测定方法：按照 GB 5009.3-2016 食品中水分的测定第三法蒸馏法里的示图^[8]。准确称取砂仁粉 M 约 20~30 g 于 250 mL 平底烧瓶中，加入新蒸馏的甲苯 75 mL 和数粒玻璃珠，置于电热套内，用铁架台固定好冷凝管与水分接收管的结合部位，从冷凝管顶端加入甲苯，充满水分接收管至流入平底烧瓶为止。开启电热套加热慢慢蒸馏，使每秒钟的馏出液为 2 滴，待大部分水分蒸出后，加速蒸馏，约每秒钟 4 滴，当水分全部蒸出且接收管内的水分体积不再增加时，从冷凝管顶端加入甲苯冲洗。如冷凝管壁附有水滴，可用附有小橡皮头的铜丝擦下，再蒸馏片刻至接收管上部及冷凝管壁无水滴附着（可加亚甲蓝粉末少量，使水染成蓝色，以便分离观察^[9]），接收管水平面保持 10 min 不变为蒸馏终点，读取接收管水层的容积 V 。同时做甲苯的试剂空白 V_0 。

(2) 计算公式：水分 % = $(V - V_0) \times 0.9982 \times 100 / M$

2 结果与分析

2.1 不同贮存条件下砂仁粉含量统计

按照上述检验方法，每周取砂仁粉进行实验，并将挥发油含量和乙酸龙脑酯含量结果进行登记，汇总成表。表 1 数据表明，冷藏和阴凉贮存条件下的砂仁粉乙酸龙脑酯含量和挥发油含量均明显高于高温贮存条件。

2.2 不同贮存条件下乙酸龙脑酯含量

冷藏贮存条件下的砂仁粉乙酸龙脑酯含量三个月内基本上约在 0.5% 以上，阴凉贮存条件下的砂仁粉乙酸龙脑酯含量三个月内基本上约在 0.45% 以上，而高温贮存条件的砂仁粉乙酸龙脑酯含量从 42 天开始下降到 0.022% 以下，与 42 天冷藏贮存条件下的乙酸龙脑酯含量相差约 30 倍（趋势分析图见图 1）。

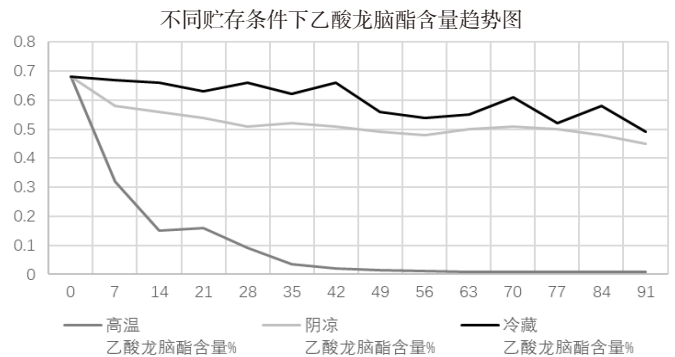


图 1 不同贮存条件下乙酸龙脑酯含量趋势图
Fig.1 Trend diagram of bornyl acetate content under different storage conditions

表 1 不同贮存条件下砂仁粉含量统计

Table 1 Statistics of *Amomum villosum* powder content under different storage conditions

贮存条件 指标	常温库(35℃)		阴凉库(10~15℃)		冷藏库(0~5℃)	
	挥发油含量(%)	乙酸龙脑酯含量(%)	挥发油含量(%)	乙酸龙脑酯含量(%)	挥发油含量(%)	乙酸龙脑酯含量(%)
0 天	1.6	0.68	1.6	0.68	1.6	0.68
第一周	0.82	0.32	1.34	0.58	1.55	0.67
第二周	0.76	0.15	1.34	0.56	1.53	0.66
第三周	0.80	0.16	1.32	0.54	1.53	0.63
第四周	0.52	0.092	1.31	0.51	1.55	0.66
第五周	0.53	0.036	1.35	0.52	1.57	0.62
第六周	0.38	0.022	1.15	0.51	1.61	0.66
第七周	0.26	0.014	1.15	0.49	1.28	0.56
第八周	0.25	0.013	1.12	0.48	1.31	0.54
第九周	0.25	0.01	1.16	0.5	1.28	0.55
第十周	0.26	0.0092	0.95	0.51	1.00	0.61
第十一周	0.24	0.01	0.91	0.5	0.98	0.52
第十二周	0.26	0.008	1.12	0.48	1.50	0.58
第十三周	0.25	0.008	1.00	0.45	1.34	0.49

2.3 不同贮存条件下挥发油含量

冷藏贮存条件下的砂仁粉挥发油含量三个月内基本上均在0.98%以上,阴凉贮存条件下的砂仁粉挥发油含量三个月内基本上均在0.91%以上,而高温贮存条件的砂仁粉挥发油含量从49天开始下降到0.26%以下,与49天冷藏贮存条件下的挥发油含量相差约5倍(趋势分析图见图2)。

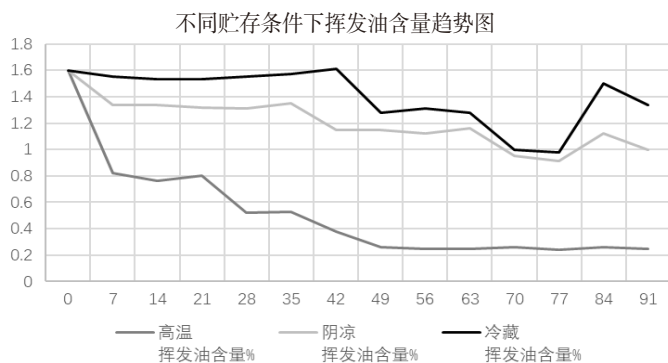


图2 不同贮存条件下挥发油含量趋势图

Fig.2 Trend diagram of volatile oil content under different storage conditions

3 讨论与结论

根据以上实验结果表明,砂仁粉在不同贮存条件下的乙酸龙脑酯含量和挥发油含量相差较大,冷藏贮存条件下的砂仁粉有效成分流失较低,阴凉贮存条件下的砂仁粉有效成分略低于冷藏贮存条件,高温条件下砂仁粉有效成分挥发较快。所以,砂仁药材打粉后建议冷藏或阴凉条件下贮存,更有利于有效成分的保存。

砂仁药材本身在打粉后就会存在含量下降的情况,但是为了更好地减少其有效成分的进一步流失,建议打粉后用PE袋封口,且选择冷藏或者阴凉条件下进行贮存。

为了更有利于保证产品口感稳定性,建议冷藏或阴凉贮存,且有效期定为三个月比较合理。据考察,冷藏条件所需成本远高于阴凉条件,从企业成本角度考虑,砂仁药材打粉后选择阴凉条件贮存最适合,且有效期定为三个月比较合理。

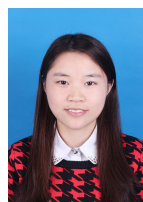
中医学自古以来就有“药食同源”(又称为“医食同源”)理论——这一理论认为:许多食物既是食物也是药物,食物和药物一样同样能够防治疾病。砂仁是药食同源食物,在2002年卫

健委公布的既是食品又是药品的86种中药名单^[10]里便有砂仁,因功效卓著且独具香味,人们常应用于食疗,或煲汤或蒸肉,赋予食物独特的味道,起到健脾养胃之功效。所有,现在越来越多的食品中都会添加药食同源药材,从而让人们在享用美味的同时,防治疾病,收获健康,达到食疗的效果。

参考文献

- [1] 倪新兴.中药材品质影响因素研究[D].南京:南京中医药大学,2015.
- [2] 云南省食品药品监督管理局.云南省中药饮片标准(2005年版第二册)[M].昆明:云南科技出版社,2008:132-133.
- [3] 刘昌孝,陈士林,肖小河,等.中药质量标志物(Q-Marker):中药产品质量控制的新概念[J].中草药,2016,47(09):1443-1457.
- [4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(2020年版一部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020:264.
- [5] 2204挥发油测定法[M]//国家药典委员会.中华人民共和国药典(2020年版四部).北京:中国医药科技出版社,2020:233.
- [6] 0521气相色谱法[M]//国家药典委员会.中华人民共和国药典(2020年版四部).北京:中国医药科技出版社,2020:67.
- [7] 上海市药品监督管理局.上海市中药饮片炮制规范(2018年版)[M].上海:上海科学技术出版社,2019:263-264.
- [8] 食品安全国家标准食品中水分的测定:GB 5009.3-2016[S].北京:国家卫生和计划生育委员会,2016.
- [9] 0832水分测定法[M]//国家药典委员会.中华人民共和国药典(2020年版四部).北京:中国医药科技出版社,2020:114.
- [10] 卫生部.关于进一步规范保健食品原料管理的通知[EB/OL]. [2020-02-08] https://zwfw.nhc.gov.cn/kzx/zcfg/xspylsp_237/200202/t20020228_1316.html [2024-08-08].

作者简介



吴科荣,主管药师,检验主管,研究方向:质量检验。