

# 市售红参饮片质量分析

毕建云<sup>1</sup>, 靳光乾<sup>2</sup>, 王亮<sup>2</sup>, 刘善新<sup>2\*</sup>, 顾正位

(1. 山东中医药大学药学院, 济南 250355; 2. 山东中医药研究院, 济南 250014)

**[摘要]** **目的:** 调查市售红参饮片质量, 制定红参饮片的质量标准。**方法:** 收集不同地区市售红参饮片样品, 采用性状观察, 显微、薄层色谱定性鉴别, 高效液相色谱进行含量测定。采用 Lichrospher C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 色谱柱, 乙腈-水进行梯度洗脱, 检测波长 203 nm, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C。**结果:** 市售红参饮片外观性状有差异, 显微特征明显, 薄层色谱在与人参对照药材、人参皂苷 Rf、人参皂苷 R<sub>g1</sub>、人参皂苷 Re 及人参皂苷 R<sub>b1</sub> 相应的位置上显相同颜色的斑点。13 批样品中人参皂苷 R<sub>g1</sub> + Re 的含量范围为 0.097 0% ~ 0.301%, R<sub>b1</sub> 的含量范围为 0.140% ~ 0.310%。**结论:** 不同地区市售红参饮片性状、显微特征及样品中 3 种成分的含量均具有显著的差异。

**[关键词]** 红参片; 显微; 薄层色谱; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)02-0070-04

**[doi]** 10.11653/syfy2014020070

## Quality Surveys of Ginseng Radix et Rhizoma Rubra Slices

BI Jian-yun<sup>1</sup>, JIN Guang-qian<sup>2</sup>, WANG Liang<sup>2</sup>, LIU Shan-xin<sup>2\*</sup>, GU Zheng-wei<sup>1</sup>

(1. Pharmaceutical College, Shandong University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Ji'nan 250355, China; 2. Shandong Academy of Chinese Medicine, Ji'nan 250014, China)

**[Abstract]** **Objective:** To survey the quality standards of Ginseng Radix et Rhizoma Rubra slices. **Method:** This experiment was carried out to observe the characters, identify the quality by microscopy and TLC, and make the content determination by HPLC for the Ginseng Radix et Rhizoma Rubra slices from different areas. The chromatographic column was Lichrospher C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) with gradient elution of acetonitrile and water. The detection wavelength was set at 203 nm; the flow rate was at 1.0 mL·min<sup>-1</sup> and the column temperature was set at 30 °C respectively. **Result:** The appearances of samples were different when micro-characteristic was obvious and TLC spots were clear on the corresponding position of ginseng control medicine, ginsenoside Rf, R<sub>g1</sub>, Re and R<sub>b1</sub>. Concentration range of R<sub>g1</sub> + Re was 0.097 0% - 0.301% when concentration range of R<sub>b1</sub> was 0.140% - 0.310% in thirteen batches of samples. **Conclusion:** The content of ginsenoside R<sub>g1</sub>, Re and R<sub>b1</sub> was considerably different as well as the characters and micro-characteristics of slices. The study provides a reference for standards of Ginseng Radix et Rhizoma Rubra slices which need to be formulated.

**[Key words]** Ginseng Radix et Rhizoma Rubra slices; microscopy; TLC; HPLC

红参片为红参加工后的饮片, 具有大补元气、复

脉固脱、益气摄血的作用, 用于体虚欲脱、肢冷脉微、气不摄血、崩漏下血<sup>[1]</sup>。人参的炮制始于唐代, 而人参熟用最早见于宋代, 明清也有其记载<sup>[2]</sup>。红参片的加工方法为红参润透, 切薄片, 干燥<sup>[1]</sup>; 还有的加工方法为蒸软或稍浸后烤软, 切薄片, 干燥<sup>[3]</sup>。其润制的过程中, 方法不当易损失有效成分。红参中皂苷类成分可通过抗氧自由基作用、调节能源物质和乳酸代谢等方面缓解体力疲劳, 可抑制 β-淀粉样蛋白 25 ~ 35 片段 (Aβ25-35) 诱导的神经细胞损

**[收稿日期]** 20121210 (020)

**[基金项目]** 2012 年山东省中药炮制规范项目

**[第一作者]** 毕建云, 在读研究生, 从事中药新剂型与新制剂研究, Tel: 18765872361, E-mail: bji1217@126.com

**[通讯作者]** \* 刘善新, 副研究员, 从事中药新剂型与新制剂研究, Tel: 0531-82949812, E-mail: liushanxin66@163.com

伤,为其主要的有效成分<sup>[4]</sup>。文献报道不同产地及加工炮制方法对红参中皂苷类成分的影响<sup>[5-8]</sup>,2010年版《中国药典》一部收录了红参的质量标准,而红参片无详细记载。为制定红参片的质量标准,收集全国多个不同地区市售红参片样品,通过性状、显微及薄层色谱法对红参片进行定性鉴别,高效液相法测定人参皂苷 Rg<sub>1</sub>、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 和人参皂苷 Re 的含量。

## 1 材料

Agilent 1200 型高效液相色谱仪, G1315B DAD 检测器, 数据处理器为 ChemStation Rev. B. 01. 03 [204]; Lichrospher C<sub>18</sub> 柱(4. 6 mm × 150 mm, 5 μm, 江苏汉邦科技有限公司), 超纯水(Millipore 公司纯水器); 人参皂苷 Rg<sub>1</sub> (批号 110703-201027, 纯度为 96. 3%, 供含量测定用)、人参皂苷 Re (批号 110754-200320, 供含量测定用)、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> (批号 110704-200319, 供含量测定用), 以上 3 种对照品均购于中国药品生物制品检定所; 乙腈为色谱纯, 甲醇、正丁醇等所用试剂均为分析纯。

13 批红参片样品为市售, 经山东省中医药研究院靳光乾研究员鉴定为红参(五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的栽培品经蒸制后的干燥根和根茎)的加工品, 干燥, 粉碎备用。

## 2 方法与结果

**2.1 性状** 通过对收集的 13 批红参药材进行性状观察, 总结红参片的性状, 横、斜切片呈圆形、类圆形或椭圆形, 直径 0. 9 ~ 2. 5 cm, 长 1. 7 ~ 4. 2 cm, 厚 1. 0 ~ 2. 0 cm。表面呈淡棕色或红棕色, 质硬而脆, 角质样, 气微香, 味甘, 微苦。纵切片呈类楔形或类椭圆形, 长 3. 0 ~ 11. 5 cm, 中部直径 1. 0 ~ 2. 3 cm, 厚 1. 0 ~ 2. 0 cm。表面呈淡棕色或红棕色, 质硬而脆, 角质样, 气微香, 味甘, 微苦。

### 2.2 鉴别

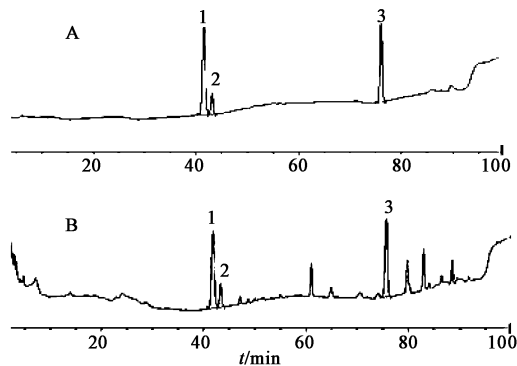
**2.2.1 显微鉴别** 对 13 批样品进行显微观察, 结果在显微镜下, 各批样品的显微特征基本一致: 树脂道碎片可见, 含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径 20 ~ 68 μm, 棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形, 壁细波状弯曲。网状导管和梯纹导管直径 10 ~ 56 μm。淀粉粒糊化轮廓模糊。

**2.2.2 薄层鉴别** 取本品粉末(过四号筛)1 g, 加三氯甲烷 40 mL, 加热回流 1 h, 弃去三氯甲烷液, 药渣挥干溶剂, 加水 0. 5 mL 搅拌湿润, 加水饱和和正丁醇 10 mL, 超声处理 30 min, 吸取上清液加 3 倍量氨试液, 摇匀, 放置分层, 取上层液蒸干, 残渣加甲醇 1

mL 使溶解, 作为供试品溶液。取人参对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。取人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品及人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品, 加甲醇制成每 1 mL 各含 2 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。分别吸取上述 4 种溶液 2 ~ 4 μL, 分别点于同一 0. 3% CMC-Na 为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(65: 35: 10) 10 °C 以下放置的下层溶液为展开剂, 展开, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 加热显色至斑点清晰, 日光、365 nm 紫外灯检视。结果供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上, 分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

### 2.3 含量测定

**2.3.1 色谱条件** C<sub>18</sub> 色谱柱, 流动相为乙腈 A, 水为 B, 梯度洗脱(0 ~ 35 min, 19% A, 35 ~ 55 min, 19% ~ 29% A, 55 ~ 70 min, 29% A, 70 ~ 100 min, 29% ~ 40% A; 流速 1 mL · min<sup>-1</sup>, 测波长 203 nm, 柱温 30 °C, 进样量 10 ~ 20 μL, 理论板数按人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 峰计算为 28 431。人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 与人参皂苷 Re 的分度为 1. 68, 人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 分度为 38. 66。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 人参皂苷 Rg<sub>1</sub>;

2. 人参皂苷 Re; 3. 人参皂苷 Rb<sub>1</sub>

图 1 红参 HPLC

**2.3.2 人参皂苷 Rg<sub>1</sub>、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 混合对照品溶液的制备** 精密称取人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品 7. 38 mg、人参皂苷 Re 对照品 1. 83 mg、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品 7. 22 mg 于 25 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为混合对照品溶液。

**2.3.3 供试品溶液的制备** 取本品粉末约(过四号筛)1 g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加三氯甲烷适量, 加热回流 3 h, 弃去三氯甲烷液, 药渣挥干溶剂, 连同滤纸筒移入具塞锥形瓶中, 精密加入水饱和和正丁醇 50 mL, 密塞, 放置过夜, 超声处理(功率 250 W, 频率 50 kHz) 30 min, 滤过。精密量取续滤液 25 mL, 置蒸发皿中蒸干, 残渣加甲醇溶解, 转移

至 5 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,以 0.45 μm 滤膜过滤,即得。

**2.3.4 线性关系的考察** 分别精密吸取上述混合对照品溶液 2,5,10,15,20 μL,注入液相色谱仪,分别测定峰面积积分值。以对照品的进样量(μg)为横坐标,峰面积积分值(A)为纵坐标,进行线性回归,得回归方程为  $Y_{\text{人参皂苷Rg}_1} = 245.13X - 5.537$  ( $r = 0.9998$ ),  $Y_{\text{人参皂苷Re}} = 737.68X - 4.856$  ( $r = 0.9995$ ),  $Y_{\text{人参皂苷Rb}_1} = 282.04X - 16.85$  ( $r = 0.9998$ )。其线性范围分别为 0.568 ~ 5.68, 0.130 ~ 1.30, 0.537 ~ 5.37 μg。

**2.3.5 精密度试验** 精密吸取供试品溶液 20 μL,连续进样 5 次,测定峰面积积分值,结果人参皂苷 Rg<sub>1</sub> RSD 为 1.70%,人参皂苷 Re RSD 为 1.86%,人参皂苷 Rb<sub>1</sub> RSD 为 1.29%。

**2.3.6 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液 20 μL,

于 0,2,4,8,12 h 各进样测定 1 次,人参皂苷 Rg<sub>1</sub> RSD 为 1.55%,人参皂苷 Re RSD 为 1.31%,人参皂苷 Rb<sub>1</sub> RSD 为 1.02%,表明在测定时间 12 h 内稳定性良好。

**2.3.7 重复性试验** 取本品(S<sub>1</sub>),按照供试品溶液的制备方法,平行制备 3 份样品,按上述方法和条件进行测定,计算每份的含量。结果 3 次测定的人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 平均含量为 0.256%,RSD 1.58%;人参皂苷 Re 的平均含量为 0.044 0%,其 RSD 为 2.62%;人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 平均含量为 0.291%,RSD 1.73%,表明重复性良好。

**2.3.8 回收率试验** 取已知含量的同一批样品(S<sub>1</sub>)约 0.5 g,精密称定,共取 3 份,分别加入人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 1.25 mg、人参皂苷 Re 0.253 mg、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 1.46 mg 晾干后,按供试品溶液的制备方法制得回收率试验液,依法测定回收率,结果见表 1。

表 1 红参中 3 种成分加样回收率试验

成分	取样量 /g	样品中的量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率/%		
					单次	平均	RSD
人参皂苷 Rg <sub>1</sub>	0.501	1.281	1.25	2.471	95.1	95.2	1.50
	0.502	1.284	1.25	2.489	96.4		
	0.501	1.284	1.25	2.455	93.7		
	0.500	1.280	1.25	2.448	93.4		
	0.503	1.289	1.25	2.486	95.7		
	0.501	1.283	1.25	2.495	96.9		
人参皂苷 Re	0.501	0.220	0.253	0.453	92.1	95.4	2.68
	0.502	0.221	0.253	0.454	92.3		
	0.501	0.221	0.253	0.463	96.0		
	0.500	0.220	0.253	0.467	97.7		
	0.503	0.222	0.253	0.466	96.7		
	0.501	0.221	0.253	0.468	97.7		
人参皂苷 Rb <sub>1</sub>	0.501	1.457	1.46	2.852	95.5	95.9	1.68
	0.502	1.460	1.46	2.866	97.5		
	0.501	1.459	1.46	2.830	93.8		
	0.500	1.455	1.46	2.863	96.3		
	0.503	1.465	1.46	2.895	97.8		
	0.501	1.459	1.46	2.841	94.6		

**2.3.9 样品的测定** 按上述测定方法和条件,对所收集到的 13 批样品进行提取,分别精密吸取对照品溶液 10 μL 与供试品溶液各 10 ~ 20 μL 注入液相色谱仪,测定,并计算各样品中人参皂苷 Rg<sub>1</sub>,人参皂苷 Re 及人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 含量,结果见表 2。

### 3 讨论

通过对市售 13 批样品进行性状观察发现,市售红参片的颜色差别较大,且部分为横切片、部分为斜

切片、还有的为纵切片或直接为较小的红参压制成片。含量测定结果发现人参皂苷 Rg<sub>1</sub> + Re 的总量及人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 的含量分别有 9 批和 3 批低于 2010 年版《中国药典》一部红参中人参皂苷 Rg<sub>1</sub> + Re 的总量最低限量规定(不得少于 0.25%)及人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 的最低限量规定(不得少于 0.20%)。样品 2 为较小红参压制成片,其人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 与人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 含量最低。可能红参样品的

表2 13批样品含量测定( $n=2$ )

样品	产地	市售地	平均/%	
			Rg <sub>1</sub> + Re	Rb <sub>1</sub>
S <sub>1</sub>	东北	亳州市昌盛鑫参茸有限公司	0.301	0.291
S <sub>2</sub>	东北	亳州市昌盛鑫参茸有限公司	0.097 0	0.140
S <sub>3</sub>	东北	亳州药材市场	0.124	0.202
S <sub>4</sub>	东北	亳州药材市场	0.204	0.203
S <sub>5</sub>	吉林	山东百味堂中药饮片有限公司	0.268	0.310
S <sub>6</sub>	吉林	山东百味堂中药饮片有限公司	0.291	0.269
S <sub>7</sub>	吉林	济南市建联中药饮片厂	0.218	0.241
S <sub>8</sub>	吉林	山东宏济堂医药有限公司	0.214	0.208
S <sub>9</sub>	东北	北京同仁堂(济南)药店	0.181	0.177
S <sub>10</sub>	吉林	亳州药材市场	0.197	0.254
S <sub>11</sub>	吉林	亳州药材市场	0.150	0.166
S <sub>12</sub>	吉林	亳州药材市场	0.171	0.231
S <sub>13</sub>	东北	安国药都集团茗都中药饮片有限公司	0.252	0.252

质量就较差,直接压制后外观性状红参片较长,但其内在质量较差。文献报道<sup>[10]</sup>红参炮制过程中人参皂苷 Rg<sub>1</sub> + Re 含量明显上升,而人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 含量显著下降,可看出炮制工艺也是影响其质量的一个重要因素。因此,有必要制订红参片的含量限度标准及其炮制规范。

薄层色谱鉴别中,曾参照《中国药典》2010年版一部红参项下原有薄层鉴别方法中的展开剂进行了试验,结果发现人参皂苷 Rf、人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 较难分离。而以三氯甲烷-甲醇-水(65:35:10) 10℃以下放置的下层溶液为展开剂,斑点分离效果好。

#### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:143.
- [2] 冯宝麟. 古今中药炮制初探[M]. 济南:山东科学技术出版社,1984:104.

- [3] 中华人民共和国卫生部药政管理局. 全国中药炮制规范[M]. 1988年版. 北京:人民卫生出版社,1988:1.
- [4] 魏翠柏,贾建平,王芬,等. 人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 及 Rb<sub>1</sub> 对 Aβ<sub>25-35</sub> 诱导 CHO 细胞毒性影响[J]. 中华中医药杂志,2008,23(7):616.
- [5] 刘摇,濮社班,朱玲英,等. RP-HPLC 法同时测定不同产地红参中 6 种人参皂苷的含量[J]. 药学进展,2011,35(6):278.
- [6] 李义志,毛春芹,陆兔林,等. 不同产地红参中总皂苷及人参皂苷 Rg<sub>1</sub>、Re、Rb<sub>1</sub> 的含量比较[J]. 中国实用医药,2008,28(3):1.
- [7] 翟宁,贺燕,李玉春,等. 红参的炮制工艺与高效液相色谱法对比红参与生晒参的研究[J]. 吉林医学,2007,28(17):1852.
- [8] 赵玉华,崔晓娟,樊萍,等. 参芪二仙片质量标准研究[J]. 中国医药导报,2011,8(31):74.

[责任编辑 顾雪竹]