

市售红参须质量调查研究

刘善新*, 靳光乾, 王亮
(山东省中医药研究院, 济南 250014)

[摘要] 目的: 调查市售红参须质量, 制定红参须的质量标准。方法: 收集不同地区市售红参须样品, 采用性状观察, 显微、薄层色谱鉴别, 总灰分检查, 高效液相色谱进行含量测定。结果: 10 批样品外观性状有差异; 显微特征明显; 薄层色谱中在与人参对照药材、人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rf 及人参皂苷 Rg₁ 相应的位置上显相同颜色的斑点; 总灰分为 2.50% ~ 4.26%; 人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 的线性范围分别为 0.117 ~ 1.750, 0.207 ~ 3.100, 0.298 ~ 4.470 μg, 回收率分别为 94.4%, 95.2%, 95.7%, RSD 分别为 1.99%, 1.55%, 1.54%, 含量人参皂苷 Rg₁ + 人参皂苷 Re 为 0.228% ~ 0.666%, 人参皂苷 Rb₁ 为 0.312% ~ 0.783%。结论: 市售红参须质量差异较大, 亟待制定红参须的质量标准。

[关键词] 红参须; 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(2013)14-0124-04

[doi] 10.11653/syfj2013140124

Studies on the Quality of Panacis Ginseng Radix Laterlis

LIU Shan-xin*, JIN Guang-qian, WANG Liang
(Shandong Academy of Chinese Medicine, Ji'nan 250014, China)

[收稿日期] 20120907(018)

[基金项目] 2012 年版《山东省中药材标准》研究项目

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

和枯萎期, 且营养生长期高于枯萎期。承德地区黄芩苷含量无论在那个生长时期均达到了 2010 年版《中国药典》9% 的规定, 折干率在枯萎期最高, 4 个指标成分均称双 S 曲线, 返青期最高, 花期和盛果期次之, 其他生长阶段较低。这一结果与李欣有一定区别, 具体原因还有待进一步研究; 对于两年生黄芩已有的报道存在不同观点, 日本学者富森毅^[9]认为黄芩根以在第二年结果期的后半期采集为好, 古崎正雄等^[10]认为黄芩的栽培期需两年以上。本研究认为, 承德地区两年生黄芩全年的黄芩苷均符合 2010 年版《中国药典》9% 的规定, 且两个高峰期是在返青初期和花期, 这与传统的春季采挖相一致, 综合药材产量及承德地区黄芩加工情况, 两年生黄芩在第三年春季苗高 10 cm 之前采挖更为合理。

[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: 282.
- [2] 张建春, 张华, 施瑛, 等. 黄芩苷的研究近况[J]. 时珍国医国药, 2005, 16(3): 247.
- [3] 杨全, 白音, 陈千良, 等. 黄芩资源现状及可持续利

- 用的研究[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(7): 1159.
- [4] 陈君, 杨世林, 程惠珍. 不同种源黄芩生长发育特性初步观察[J]. 中药材, 2002, 25(11): 777.
- [5] 安瑜, 王旭鹏, 赵建军. 宁夏六盘山栽培黄芩适宜采收期研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(13): 161.
- [6] 胡德奇, 刘志梅, 张建军, 等. 辽宁省朝阳地区黄芩与市售黄芩、黄芩苷含量比较[J]. 中国保健营养, 2012(6): 5.
- [7] 薛黎明, 秦雪梅, 张丽增. 不同产地黄芩药材的黄芩苷含量测定及指纹图谱研究[J]. 中成药, 2008, 30(1): 10.
- [8] 张红瑞, 王文全, 张学文, 等. 一年生黄芩生长发育动态初步研究[J]. 中国现代中药, 2009, 11(3): 19.
- [9] 富森毅. 黄芩属植物成分研究(第七报: 黄芩根的生长与黄酮的季节变化)[J]. 日本生药学杂志, 1986, 40(4): 381.
- [10] 古崎正雄. 黄芩生长过程中黄酮类含量的变化[J]. 国外医学: 中医中药分册, 1987, 9(1): 50.

[责任编辑 顾雪竹]

[Abstract] Objective: To establish the quality standards of *Panax Ginseng Radix Laterlis*. **Method:** This experiment collected the *Panax Ginseng Radix Laterlis* from different areas, which is to observe the characters, identify the quality by microscopy and TLC, examine the total ash, make the content determination by HPLC. **Result:** The appearance of 10 batches of samples was different when micro-characteristic were clear. The TLC spots of samples have the same color with *Ginseng Radix et Rhizoma*, ginsenoside Rb₁, Re, Rf, Rg₁. however, the total ash was 2.50% - 4.26%. ginsenoside Rg₁, Re, Rb₁ has a good linearity within 0.117 - 1.750 μg, 0.207 - 3.100 μg, 0.298 - 4.470 μg and the average recovery was 94.4%, 95.2%, 95.7% with RSD 1.99%, 1.55%, 1.54%. The content of ginsenoside Rg₁ + Re in 10 batches of samples is 0.228% - 0.666%, and the content of ginsenoside Rb₁ is 0.312% - 0.783%. **Conclusion:** The quality of *Panax Ginseng Radix Laterlis* from different areas is considerably different to be established urgently.

[Key words] *Panax Ginseng Radix Laterlis*; microscopy; TLC; HPLC

红参须为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey 的栽培品经蒸制后的干燥细枝根、须根及不定根具有大补元气,复脉固脱,益气摄血的功能。现代药理研究表明人参须能有效改善血脂水平^[1]、具有一定的体内外抗肿瘤活性^[2-3]、对小鼠纤维化及骨丢失有一定预防作用^[4]。2002年版《山东省中药材标准》中收载红参须,其质量标准项下的 TLC 鉴别缺乏人参皂苷 Rf 对照,含量测定项缺少人参皂苷 Rb₁ 的测定,对总灰分亦无控制量^[5]。通过收集不同地区市售红参须样品参考 2010 年版《中国药典》一部红参项下的质量标准及有关文献^[6-7],对其质量进行研究,为重新制定红参须的质量标准提供参考。

1 材料

Agilent 1200 型高效液相色谱仪(G1315B DAD 检测器, ChemStation 数据处理器 Rev. B. 01.03 [204], 美国安捷伦公司), Lichrospher C₁₈ 柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)(江苏汉邦科技有限公司), BP211D 型电子天平(Sartorius), 超纯水(Millipore 公司纯水器), 人参皂苷 Rg₁(批号 110703-201027, 纯度为 96.3%, 供含量测定用)、人参皂苷 Re(批号 110754-201123, 纯度为 89.1%, 供含量测定用)、人参皂苷 Rb₁(批号 110704-201122, 纯度为 92.9%, 供含量测定用)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、三氯甲烷均为分析纯。10 批红参须样品为市售, 干燥, 粉碎过四号筛备用。

2 方法与结果

2.1 性状 通过对收集的 10 批红参须药材进行性状观察, 总结红参须的性状为细枝根、须根呈长条形, 长 5.0 ~ 10.0 cm, 直径 0.4 ~ 0.8 cm, 表面半透明, 黄棕色, 可见纵皱纹及须根脱落痕, 须根上偶有

珍珠点。质坚而脆, 断面平坦, 角质样, 气微香而特异, 味甘, 微苦。

不定根呈纺锤形, 长 3.0 ~ 16.0 cm, 直径 0.1 ~ 0.6 cm, 表面半透明, 黄棕色, 可见纵皱纹。质坚而脆, 断面平坦, 角质样, 气微香而特异, 味甘, 微苦。

2.2 显微鉴别 对 10 批样品进行显微观察, 各批样品的显微特征基本一致。树脂道碎片易见, 含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径 20 ~ 68 μm, 棱角锐尖, 木栓细胞类方形或多角形, 壁薄, 细波状弯曲。网纹及梯纹导管直径 10 ~ 56 μm。淀粉粒甚多, 已糊化, 轮廓模糊。

2.3 薄层鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品粉末 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。

2.3.2 人参药材溶液的制备 取人参对照药材 1 g, 同 2.3.1 制成对照药材溶液。

2.3.3 对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rb₁ 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品及人参皂苷 Rg₁ 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。

2.3.4 薄层色谱 分别吸取上述 4 种溶液 2 ~ 8 μL, 分别点于同一 0.3% CMC 为黏合剂的硅胶 G 薄层板薄层板上, 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。

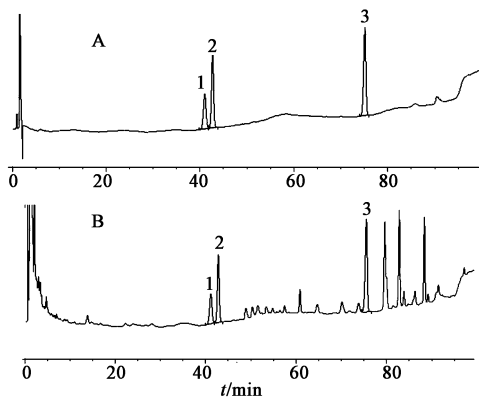
2.4 总灰分测定 采用《中国药典》2010 年版一部附录 IX K“灰分测定法”项下的总灰分测定法,对收集到的 10 批样品进行总灰分测定,测定结果见表 1。

表 1 10 批红参须总灰分测定 (n=2) %

No.	总灰分	No.	总灰分
S ₁	2.89	S ₆	2.50
S ₂	4.26	S ₇	2.94
S ₃	3.04	S ₈	3.90
S ₄	3.31	S ₉	3.30
S ₅	3.28	S ₁₀	3.72

2.5 含量测定

2.5.1 色谱条件 C₁₈ 色谱柱,流动相以乙腈为流动相 A,以水为流动相 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⁻¹,检测波长 203 nm,柱温 30 °C,进样量 5 ~ 10 μL,理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算为 26 000。人参皂苷 Rg₁ 与 人参皂苷 Re 的分离度为 1.85,人参皂苷 Rb₁ 分离度为 40.05。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 人参皂苷 Rg₁; 2. 人参皂苷 Re; 3. 人参皂苷 Rb₁

图 1 红参须 HPLC

2.5.2 人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 混合对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 Rg₁ 对照品 3.03 mg、人参皂苷 Re 对照品 5.80 mg、人参皂苷 Rb₁ 对照品 8.02 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。

2.5.3 供试品溶液的制备 取本品粉末约 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。

2.5.4 线性关系的考察 分别精密吸取上述混合对照品溶液 1, 2, 5, 10, 15 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(X)为横坐标,峰面积积分值(Y)为纵坐标,进行线性回归,得回归方程为 $Y_{\text{人参皂苷 Rg}_1} = 301.34X + 0.2315$ ($r = 0.9995$); $Y_{\text{人参皂苷 Re}} = 297.84X + 6.298$ ($r = 0.9996$); $Y_{\text{人参皂苷 Rb}_1} = 261.44X - 1.087$ ($r = 1.0000$)。其线性范围分别为 0.117 ~ 1.750, 0.207 ~ 3.100, 0.298 ~ 4.470 μg。

2.5.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液 5 μL,连续进样 5 次,测定峰面积积分值,计算精密度,结果人参皂苷 Rg₁ RSD 1.82%,人参皂苷 Re RSD 1.38%,人参皂苷 Rb₁ RSD 1.00%。

2.5.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 5 μL,于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 各进样测定 1 次,人参皂苷 Rg₁ RSD 1.55%,人参皂苷 Re RSD 1.31%,人参皂苷 Rb₁ RSD 1.02%,表明在测定时间 24 h 内稳定性良好。

2.5.7 重复性试验 取本品(S₂),按照 2.5.3 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 Rg₁ 平均含量为 0.212% (RSD 1.52%),人参皂苷 Re 的平均含量为 0.378% (RSD 2.37%),人参皂苷 Rb₁ 平均含量为 0.671% (RSD 2.43%)。

2.5.8 回收率试验 取已知含量的同一批样品(S₂)约 0.5 g,精密称定,共取 3 份,分别加入人参皂苷 Rg₁ 1.08 mg、人参皂苷 Re 1.81 mg、人参皂苷 Rb₁ 3.31 mg 晾干后,按 2.5.3 方法制得回收率试验液,依法测定回收率,结果见表 2。

2.5.9 样品的测定 按上述测定方法和条件,对所收集到的 10 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 5 ~ 10 μL 注入液相色谱仪,测定,并计算各样品中人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 及人参皂苷 Rb₁ 含量,结果见表 3。

3 讨论

红参须的药用部位不同文献记载有差别,《中药大辞典》^[3] 记载:“人参须为五加科植物人参…的细枝根及须根”。《中药材手册》^[3] 记载:“红参须为红参加工时剪下或折断的侧根、须根,或加工白参去掉的参腿、参须,经蒸 2 h 左右,取出用火烘、烤干即可。”《新编中药志》^[5] 中亦记载红参须为人参支根、

表2 红参须中3种成分加样回收率试验

成分	取样量/g	样品中量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
人参皂苷 R _{g₁}	0.500 84	1.062	1.08	2.090	95.3	94.4	1.99
	0.501 54	1.063	1.08	2.058	92.2		
	0.502 08	1.064	1.08	2.096	95.6		
人参皂苷 Re	0.500 84	1.893	1.81	3.589	93.8	95.2	1.55
	0.501 54	1.896	1.81	3.616	95.1		
	0.502 08	1.898	1.81	3.647	96.7		
人参皂苷 R _{b₁}	0.500 84	3.361	3.31	6.577	97.3	95.7	1.54
	0.501 54	3.365	3.31	6.526	95.6		
	0.502 08	3.369	3.31	6.488	94.3		

表3 10批样品含量测定(n=2) %

样品	市售地	R _{g₁} + Re	R _{b₁}
S ₁	亳州市昌盛鑫参茸有限公司	0.476	0.570
S ₂	济南建联中药饮片厂	0.592	0.680
S ₃	济南平嘉大药房	0.666	0.783
S ₄	亳州药材市场	0.327	0.373
S ₅	亳州药材市场	0.228	0.403
S ₆	亳州药材市场	0.303	0.312
S ₇	安国药都集团茗都中药饮片有限公司	0.355	0.427
S ₈	安国振宇中药材饮片有限公司	0.248	0.296
S ₉	安国药材市场	0.426	0.650
S ₁₀	亳州药材市场	0.357	0.354

须根的加工而成。2002年版《山东省药材标准》记载^[1]:本品为五加科植物人参…的栽培品经蒸制后的干燥须根。通过对收集的10批样品观察及产地加工调研,认为人参的不定根蒸制后亦作为红参须入药,红参须的来源应为:五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的栽培品经蒸制后的干燥细枝根、须根及不定根。

通过对市售10批样品进行性状观察发现,市售红参须的颜色略有差别,红棕色或黄棕色,人参的细枝根、须根均呈条形,不定根呈纺锤形。含量测定发现市售样品其人参皂苷 R_{g₁} 与 人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b₁} 含量差异较大,而其来源细枝根、须根的样品 S₃ 中人参皂苷 R_{g₁} 与 人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b₁} 含量最高。

薄层色谱鉴别中,曾参照《中国药典》2010年版一部红参须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 R_f、人参皂苷 R_{b₁} 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] 张益嘉,吴铁,吴怡,等. 人参须超微粉醇提液对去卵巢大鼠血脂的影响[J]. 时珍国医国药,2008,19(4):877.
- [2] 张丽媛,吴铁. 人参须超微粉水提液体内抗肿瘤药理作用研究[J]. 安徽农业科学,2010,38(11):5645.
- [3] 张丽媛,吴铁. 人参须超微粉水提液对淋巴肉瘤荷瘤小鼠的抑瘤作用及急性毒性研究[J]. 亚太传统医药,2010,6(5):15.
- [4] 冯有辉,何康,邹丽宜,等. 人参须对肝纤维化致小鼠骨丢失的防治作用[J]. 中国临床药理学与治疗学,2005,10(6):713.
- [5] 山东省食品药品监督管理局. 山东省中药材标准[S]. 济南:山东友谊出版社,2002:93.
- [6] 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.
- [7] 周兰. HPLC法测定人参须中人参皂苷 R_{g₁}、人参皂苷 Re 及人参皂苷 R_{b₁} 的含量[J]. 中国民族民间医药,2009,(2):1.
- [8] 江西新医学院. 中药大辞典. 上册[M]. 上海:科学技术出版社,1986:38.
- [9] 中华人民共和国卫生部药政管理局,中国药品生物制品检定所. 中药材手册[M]. 北京:人民卫生出版社,1990:3.
- [10] 肖培根. 新编中药志. 第一卷[M]. 北京:化学工业出版社,2002:1.

[责任编辑 顾雪竹]