

## 微米红参的制备及含量测定

杨凯<sup>1</sup>, 石莹<sup>1</sup>, 李镐<sup>1,2</sup>, 郭建鹏<sup>1,2\*</sup>

(1. 延边大学药学院, 吉林 延吉 133000;

2. 长白山生物资源与功能分子教育部重点实验室, 吉林 延吉 133002)

**[摘要]** 目的: 优化微米红参的制备工艺, 测定其主要人参皂苷含量。方法: 采用单因素法对影响红参微米化因素进行筛选, 以平均粒径和粒度分布为考察指标, 优化微米红参化生产的最佳工艺; 采用高效液相色谱法测定人参皂苷  $Rg_1$ ,  $Re$ ,  $Rb_1$  的含量。结果: 最佳工艺为风袋长度 20 cm, 粉碎时间为 40 min, 单次进料量为 500 g; 测得样品中人参皂苷  $Rg_1$ ,  $Re$ ,  $Rb_1$  的含量分别为 2.06, 1.77, 2.41  $mg \cdot g^{-1}$ , 微米红参人参皂苷含量测定显著高于红参普通粉与切片。结论: 微米红参制备工艺合理、稳定; 建立的含量测定方法适用于微米红参; 微米红参利于人参皂苷成分溶出。

**[关键词]** 超微粉碎; 人参皂苷; 高效液相

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)14-0017-03

## Preparation and Content Determination of Micron Red Ginseng

YANG Kai<sup>1</sup>, SHI Ying, LI Gao<sup>1</sup>, GUO Jian-peng<sup>1,2\*</sup>

(1. College of Pharmacy, Yanbian University, Yanji 133000, China; 2. Key Laboratory of Natural Resources of Changbai Mountain & Functional Molecules, Ministry of Education, Yanji 133002, China)

**[Abstract]** **Objective:** The preparation process optimization of microns red *Ginseng* was performed with detection of ginsenoside. **Method:** The single factor law on the factors affected red *Ginseng* microns in diameter screening, particle size distribution to optimize the production of red *Ginseng* microns optimum technology. The ginsenoside  $Rg_1$ ,  $Re$  and  $Rb_1$  were determined by HPLC. **Result:** The best process was as follows: the wind bag length was 20 cm, crushing time 40 min into the charge for a single 500 g; the content of ginsenoside  $Rg_1$ ,  $Re$ ,  $Rb_1$  were 20.6, 17.7, 24.1  $mg \cdot g^{-1}$  respectively. Ginsenosides from micron Red *Ginseng* was significantly higher than normal powder and sliced Red *Ginseng*. **Conclusion:** Micron Red *Ginseng* preparation technology was stable. The content determination method established can be used for determination of ginsenosides composition in micron Red *Ginseng*.

**[Key words]** ultra-fine pulverizing; ginsenoside; HPLC

红参为五加科植物人参的栽培品经蒸制后的干燥根及根茎, 具有大补元气, 复脉固脱, 益气摄血等功能。微米红参是采用超微粉碎技术将红参制备成 1 ~ 75  $\mu m$  粉体的过程, 其目的是通过微粉化增大

药物颗粒的比表面积, 促进溶出, 提高生物利用度, 从而提高药效, 最终达到节省药材资源的目的<sup>[1]</sup>。

本文采用重压研磨式超微粉碎机制备微米红参, 对工艺参数进行考察, 同时对比测定了微米红参与普通红参粉有效成分含量。

### 1 仪器与试剂

6202 型万能粉碎机 (天津泰斯特仪器有限公司); HMB-701 型超微粉碎机 (北京环亚天元机械技术公司); LC-6A 高效液相色谱仪 (日本日立公司); NB-01S 型全自动激光粒度测试仪 (济南博纳斯科技有限公司); ZF-20C 暗箱式紫外分析仪 (上海宝山顾

**[收稿日期]** 20100612(002)

**[基金项目]** 吉林省科技发展计划项目 (200705422); 吉林省教育厅“十一五”科学技术研究项目 (2009-18)

**[通讯作者]** \* 郭建鹏, Tel: 0433-2660607, E-mail: gjp807@ybu.edu.cn

村电光仪器厂)。

红参由吉林省中华参加工有限公司提供;人参皂苷  $R_{g_1}$ ,  $R_e$ ,  $R_{b_1}$  对照品(购自中国药品生物制品检定所,批号 110704-200420);乙腈为色谱纯;三重蒸馏水;其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 微米红参的制备

**2.1.1 红参普通粉** 将红参浸润后切片,60 °C 干燥,用万能粉碎机粉碎,得到 150 ~ 180  $\mu\text{m}$  粉末,即得。

**2.1.2 微米红参** 以红参普通粉为原料,选择适当的风力、进样量、粉碎时间,用超微粉碎机粉碎,优化工艺参数以达到最佳粉碎效果。

**2.2 工艺参数选择** 采用单因素试验,以粒径和粒度分布为指标,考察风力、单次进料量、粉碎时间 3 项工艺参数对粉碎效果的影响<sup>[2]</sup>。粒径和粒度分布采用全自动激光粒度测试仪进行测定。

**2.2.1 风力的考察** 所用粉碎机是通过风袋长度控制风力,故以不同袋长为水平,粉碎 30 min,考察其对粉碎效果的影响,结果见表 1。风袋长度为 30 cm 以内时,粉体粒径均在 0.1 ~ 75  $\mu\text{m}$  内,其中风袋长度为 20 cm 时跨距最小,即粒度分布最窄,故确定风袋长度为 20 cm。

表 1 风袋长度对超微粉碎效果的影响( $\bar{x} \pm s, n = 3$ )

风袋长度 /cm	平均粒径 / $\mu\text{m}$	$D_{50}^*$ / $\mu\text{m}$	跨距 <sup>*</sup>
10	17.42 $\pm$ 3.15	18.78 $\pm$ 2.25	0.37 $\pm$ 0.02
20	21.31 $\pm$ 2.52	19.84 $\pm$ 3.11	0.33 $\pm$ 0.01
30	55.50 $\pm$ 3.12	52.87 $\pm$ 2.41	0.42 $\pm$ 0.03
40	82.25 $\pm$ 2.66	87.15 $\pm$ 2.73	0.43 $\pm$ 0.01

注: \*  $D_{50}$ 测定基准为体积基准;跨距 =  $(D_{90} - D_{10})/D_{50}$ (表 2-3 同)。

**2.2.2 粉碎时间的考察** 风袋长度为 20 cm,考察不同粉碎时间对粉碎效果的影响,结果见表 2。粉碎时间在 20 ~ 50 min 之间时,粉体粒径均在 0.1 ~ 75  $\mu\text{m}$  内,其中粉碎时间为 40 min 时,粒度分布最窄,故确定粉碎时间为 40 min。

**2.2.3 单次进料量的考察** 根据设备使用要求,每次粉碎投料量应在 300 ~ 700 g 之间。在风袋长度 20 cm,粉碎时间为 40 min 的条件下,考察不同单次进料量对粉碎程度的影响,结果见表 3。单次进料量在 300 ~ 500 g 时,粉体粒径均在 0.1 ~ 75  $\mu\text{m}$ ,粒

度分布无显著差异,故确定单次进料量为 500 g。

表 2 粉碎时间对超微粉碎效果的影响( $\bar{x} \pm s, n = 4$ )

粉碎时间 /min	粒径 / $\mu\text{m}$	$D_{50}$ / $\mu\text{m}$	跨距
20	31.14 $\pm$ 2.88	33.88 $\pm$ 2.74	0.33 $\pm$ 0.04
30	23.42 $\pm$ 5.17	25.92 $\pm$ 3.18	0.36 $\pm$ 0.01
40	22.99 $\pm$ 3.44	20.65 $\pm$ 2.81	0.32 $\pm$ 0.03
50	21.74 $\pm$ 2.61	21.70 $\pm$ 2.91	0.53 $\pm$ 0.02

表 3 单次进料量对超微粉碎效果的影响( $\bar{x} \pm s, n = 4$ )

单次进料量 /g	平均粒径 / $\mu\text{m}$	$D_{50}$ / $\mu\text{m}$	跨距
300	24.89 $\pm$ 1.52	24.13 $\pm$ 1.17	0.41 $\pm$ 0.02
400	29.71 $\pm$ 2.11	30.19 $\pm$ 1.83	0.43 $\pm$ 0.01
500	25.62 $\pm$ 2.33	24.92 $\pm$ 2.24	0.29 $\pm$ 0.01
600	46.49 $\pm$ 4.69	60.88 $\pm$ 1.92	0.38 $\pm$ 0.02

### 2.3 微米红参中人参皂苷的含量测定

**2.3.1 色谱条件**<sup>[3-4]</sup> 色谱柱十八烷基硅烷键和相柱;流动相乙腈-水(19:81);检测波长 203 nm;柱温 30 °C;流速 1 mL·min<sup>-1</sup>;分析时间 150 min;洗脱方法梯度洗脱;进样量 10  $\mu\text{L}$ 。

**2.3.2 溶液的配制** 精密称取人参皂苷对照品  $R_{g_1}$  1.82 mg,  $R_e$  2.13 mg,  $R_{b_1}$  2.66 mg 置 5 mL 量瓶中,用甲醇溶解定容至刻度,摇匀,为对照品溶液。

精密称取微米红参 5 g,用甲醇溶解定容至 50 mL,超声 30 min,放冷,用甲醇补足减失的质量,摇匀,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜滤过,为供试品溶液 1。

精密称取红参普通粉 5 g,按照供试品溶液 1 的制备方法制备,得供试品溶液 2。

取红参切片 50 g,加入 80% 的乙醇溶液 400 mL 回流提取 2 次,每次 1 h,滤过,合并滤液,减压浓缩,蒸至稠膏,用甲醇溶解并定容至 50 mL,摇匀,为供试品溶液 3。

**2.3.3 系统适用性试验** 按上述色谱条件,测得红参对照品、供试品色谱图,见图 1。计算其理论塔板数( $n$ )均大于 2000。该色谱条件下,样品可得到较好的分离。

**2.3.4 线性关系考察** 分别取对照品储备液 2, 4, 10, 16, 20  $\mu\text{L}$  进样,以峰面积( $Y$ )与进样量( $X$ )作回归曲线,求得回归方程为  $R_{g_1}: Y = 158\ 767.7 X - 74\ 176, r = 0.999\ 5 (n = 5)$ ,  $R_e: Y = 144\ 678 X - 38\ 948, r = 0.999\ 5 (n = 5)$ ,  $R_{b_1}: Y = 171\ 144 X - 83\ 595, r = 0.999\ 9 (n = 5)$  表明进样量  $R_{g_1}$  在

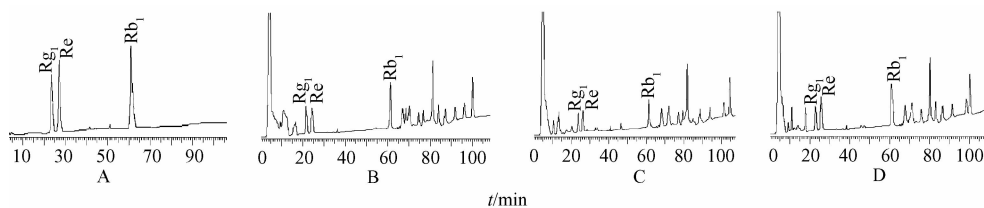


图 1 人参皂苷的 HPLC

A. 对照品; B. 供试品 1; C. 供试品 2; D. 供试品 3。

0.73 ~ 7.28  $\mu\text{g}$ , Re 在 0.81 ~ 7.92  $\mu\text{g}$ , Rb<sub>1</sub> 在 0.47 ~ 6.77  $\mu\text{g}$  呈良好的线性关系。

**2.3.5 精密性考察** 精密吸取对照品溶液, 重复测定 5 次, 结果 3 种对照品峰面积 RSD 分别为 Rg<sub>1</sub> 0.6%, Re 0.9%, Rb<sub>1</sub> 1.2%, 表明仪器精密性良好。

**2.3.6 稳定性考察** 精密称取微米红参, 按 2.3.2 项下制备供试品溶液。分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 测定, 结果 3 种人参皂苷峰面积 RSD 分别为 Rg<sub>1</sub> 0.3%, Re 1.2%, Rb<sub>1</sub> 1.0%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

**2.3.7 重复性考察** 精密称取微米红参, 按 2.3.2 项下制备成供试品溶液 5 份, 测定, 结果 3 种皂苷峰面积 RSD 分别为 Rg<sub>1</sub> 0.5%, Re 0.9%, Rb<sub>1</sub> 1.5%, 表明本法重复性良好。

**2.3.8 加样回收率考察** 取已知含量的微米红参供试品 6 份, 分别精密加入对照品适量, 依法测定, 计算回收率, 结果见表 4。表明本法准确度较好, 方法可行。

**2.3.9 样品含量测定** 取微米红参、红参普通粉、红参切片各 3 批样品, 依法制备供试品溶液, 按上述方法测定人参皂苷质量分数, 以外标法计算, 结果见表 5。微米红参中人参皂苷 Rg<sub>1</sub>, Re, Rb<sub>1</sub> 含量均高于普通粉与切片。

### 3 讨论

重压研磨法制备微米红参的最佳生产工艺为: 风袋长 20 cm, 粉碎时间为 40 min, 单次进料量为 500 g。

测得微米样品中人参皂苷 Rg<sub>1</sub>, Re, Rb<sub>1</sub> 的质量分数分别为 2.06, 1.77, 2.41  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 均显著高于普通粉和切片, 表明在该测定条件下红参微米化利于人参皂苷成分溶出。

表 4 人参皂苷加样回收率

样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%	
Rg <sub>1</sub>	1.82	1.56	3.38	100.00	2.0	
	1.82	1.55	3.31	99.35		
	1.82	1.82	3.58	96.70		
	1.82	1.83	3.57	101.09		
	1.82	2.10	3.96	101.90		
	1.82	2.07	3.94	102.42		
	Re	1.46	1.21	2.62		95.87
		1.46	1.32	2.74		96.97
		1.46	1.46	2.89		97.95
1.46		1.41	2.83	97.16		
1.46		1.91	3.38	100.52		
1.46		1.87	3.32	99.47		
Rb <sub>1</sub>	2.04	1.48	3.51	99.32	1.5	
	2.04	1.51	3.52	98.01		
	2.04	1.98	3.99	98.48		
	2.04	2.07	4.05	97.10		
	2.04	2.23	4.26	99.55		
	2.04	2.15	4.22	101.40		

表 5 样品中人参皂苷质量分数测定 (n=3)  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$

批号	微米红参			红参普通粉			红参切片		
	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>
090310	2.01	1.71	2.39	0.88	0.64	0.92	0.35	0.29	0.33
090315	2.13	1.76	2.31	0.87	0.62	0.94	0.36	0.27	0.37
090320	2.05	1.73	2.21	0.91	0.59	0.89	0.38	0.24	0.37
平均值	2.06	1.74	2.30	0.87	0.62	0.92	0.36	0.27	0.36

### [参考文献]

[1] 吴纯洁. 中药超细粉碎技术之浅析[J]. 中成药, 2002, 24(1): 59.  
 [2] 关天增, 雷敬卫. 浅谈超微粉碎[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(7): 499.  
 [3] 中国药典[S]. 一部. 2005: 105.  
 [4] 陈桂云, 陈卫平. HPLC 测定红参中人参皂苷 Rg<sub>1</sub>, Re, Rb<sub>1</sub> 含量[G]. 2006 第六届中国药学会学术年会论文集, 2006: 298.

[责任编辑 全燕]