

UPLC-QqQ-MS/MS 考察蒸制时长及压力对人参中皂苷类成分含量的影响

张诗雯¹, 张凡¹, 臧彬如², 高慧^{1*}

(1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁大连 116600;

2. 广西中医药大学药学院, 广西壮瑶药工程技术研究中心, 南宁 530001)

【摘要】 目的: 比较不同蒸制时长及压力对 6 种人参皂苷类成分总量的影响, 确定红参的最佳炮制方法。方法: 采用超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱 (UPLC-QqQ-MS/MS) 对不同炮制工艺的红参中人参皂苷 R_{g1}, R_e, R_f, R_{b1}, R_c, R_{b2} 进行含量测定, 选择 Waters ACQUITY UPLC BEH C₈ 色谱柱 (2.1 mm × 100 mm, 1.7 μm), 流动相 0.1% 甲酸水溶液 (A)-0.1% 甲酸乙腈溶液 (B) 梯度洗脱 (0~4 min, 81%~79% A; 4~6.3 min, 79%~75% A; 6.3~6.5 min, 75%~71% A; 6.5~9.5 min, 71% A; 9.5~16.5 min, 71%~68.5% A; 16.5~16.6 min, 68.5%~60% A; 16.6~19 min, 60%~100% A), 流速 0.4 mL·min⁻¹, 柱温 35 ℃; 质谱分析采用电喷雾离子源 (ESI), 负离子采集模式, 毛细管电离电压 2.5 kV, 脱溶剂气温度 350 ℃, 脱溶剂气流量 700 L·h⁻¹, 锥孔气流量 50 L·h⁻¹, 以多反应监测 (MRM) 模式采集, 采集范围 *m/z* 100~1 500, 其中人参皂苷 R_{g1}, R_e, R_f, R_{b1}, R_c, R_{b2} 的定量离子对分别为 *m/z* 799.59~637.49, 945.54~475.79, 799.59~475.49, 1 107.59~783.97, 1 077.58~783.96, 1 077.75~191.19。结果: 蒸制时长为 3 h 时, 各样品组 6 种人参皂苷类成分质量分数总和处于 7.099 8~16.768 5 mg·g⁻¹; 常压蒸制时 6 种人参皂苷类成分总量为加压蒸制总和的 2.5~12.6 倍, 明显优于加压蒸制。结论: 在本实验条件下, 红参的最佳炮制方式为鲜人参常压蒸制 3 h。

【关键词】 鲜人参; 生晒参; 蒸制; 人参皂苷; 压力; 时间; 超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱 (UPLC-QqQ-MS/MS)

【中图分类号】 R22; R943.1; R28; C37; O657 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 1005-9903(2020)08-0199-07

【doi】 10.13422/j.cnki.syfjx.20200946

【网络出版地址】 <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20200114.1441.002.html>

【网络出版时间】 2020-01-14 15:37

Effect of Steaming Time and Pressure on Contents of Six Ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma by UPLC-QqQ-MS/MS

ZHANG Shi-wen¹, ZHANG Fan¹, ZANG Bin-ru², GAO Hui^{1*}

(1. School of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Dalian 116600, China;

2. Guangxi Scientific Research Center of TCM, School of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

【Abstract】 **Objective:** The processing method of red ginseng was determined by comparing the effects of different steaming time and pressure on the total content of six ginsenosides. **Method:** The contents of ginsenoside R_{g1}, R_e, R_f, R_{b1}, R_c and R_{b2} were determined by ultra high performance liquid chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry (UPLC-QqQ-MS/MS). The Waters ACQUITY UPLC BEH C₈ column (2.1 mm × 100 mm, 1.7 μm) was used. The mobile phase was 0.1% formic acid aqueous solution (A) and

【收稿日期】 20191104(024)

【基金项目】 辽宁省省级中药炮制技术传承基地项目(75589231); 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-TJ-43)

【第一作者】 张诗雯, 在读硕士, 从事中药炮制学研究, E-mail: 13998300735@163.com

【通信作者】 *高慧, 博士, 教授, 从事中药炮制原理研究, Tel: 0411-85890151, E-mail: gaohuitem@163.com

0.1% formic acid acetonitrile solution (B) for gradient elution (0-4 min, 81% -79% A; 4-6.3 min, 79% -75% A; 6.3-6.5 min, 75% -71% A; 6.5-9.5 min, 71% A; 9.5-16.5 min, 71% -68.5% A; 16.5-16.6 min, 68.5% -60% A; 16.6-19 min, 60% -100% A). The flow rate was set at 0.4 mL·min⁻¹ and the column temperature was set at 35 °C. The mass spectrographic analysis employed electrospray ionization (ESI) and negative ion collection mode with capillary ionization voltage of 2.5 kV, desolvation temperature of 350 °C, desolvation gas flow of 700 L·h⁻¹ and cone gas flow of 50 L·h⁻¹. Multiple reaction monitoring (MRM) mode was used to collect information, the collection range was m/z 100-1 500, detection was performed by MRM mode at m/z 799.59-637.49 for ginsenoside Rg₁, m/z 945.54-475.79 for ginsenoside Re, m/z 799.59-475.49 for ginsenoside Rf, m/z 1 107.59-783.97 for ginsenoside Rb₁, m/z 1 077.58-783.96 for ginsenoside Rc, m/z 1 077.75-191.19 for ginsenoside Rb₂. **Result:** When the steaming time was 3 hours, the total mass fraction of six ginsenosides in each sample group was 7.099 8-16.768 5 mg·g⁻¹, and the total amount of the six ginsenosides in atmospheric steaming was 2.5-12.6 times of that in pressurized steaming, which was obviously better than that in pressurized steaming. **Conclusion:** Under the conditions of this experiment, the best processing method of red ginseng is atmospheric steaming for 3 hours with fresh ginseng.

[**Key words**] fresh ginseng; sun-dried ginseng; steaming; ginsenosides; pressure; time; ultra high performance liquid chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry (UPLC-QqQ-MS/MS)

人参为五加科植物人参的干燥根及根茎,味甘、微苦,性微温,归脾、肺、心、肾经,具有大补元气、复脉固脱、补脾益肺、生津养血、安神益智的功效^[1],主要含有皂苷、多糖、黄酮、有机酸及其酯类等成分,其中人参皂苷类成分为主要活性成分^[2]。红参为人参常用炮制品之一,为人参蒸制所得。但目前红参市场上存在着 2 个问题亟待解决:①加工方法不统一,尚未达到规范化。市场上制备红参的方法主要分为两类,一种以鲜人参直接进行蒸制,另一种以生晒参进行蒸制,且存在个子货及切片 2 种加工产品。②制备的红参存在一定的燥性,主要体现使机体血压升高、鼻出血、烦躁不安等不良反应。针对上述 2 个问题,本实验拟对人参个子货与饮片的蒸制时长及蒸制压力进行考察,并比较加压处理是否可以在保证质量的前提下,提高效率、降低燥性。

人参的燥性一直以来被认为是其潜在的副作用之一,有学者认为其燥性与其中皂苷类成分的含量和组成有关^[3]。人参的皂苷类成分主要分为人参皂苷三醇型与人参皂苷二醇型^[4]。KIM 等^[5]对人参皂苷三醇型(Rg₁, Re, Rf, Rg₂)与二醇型(Rb₁, Rc, Rb₂, Rd)的含量比值以及 ZHANG 等^[6]对人参皂苷三醇型(Rg₁, Re, Rf)与二醇型成分(Rb₁, Rc, Rb₂, Rd)的含量比值进行了研究,发现该比值的变化会影响人参的整体质量;同时,有较多学者认为该比值与人参燥性相关,且该比值越小,燥性可能越低。在此基础上,本实验对人参皂苷 Rg₁, Re, Rf(三醇型)含量总和与人参皂苷 Rb₁, Rc, Rb₂(二醇型)含量总

和的比值进行研究,为方便表述,全文皆以 R 值来表示这一比值,并将其作为考察指标之一,使得制备的红参燥性降低。另一考察指标为 6 种人参皂苷类成分的含量总和,以保证所制备的红参质量。

本实验前期采用 HPLC 对 6 种人参皂苷类成分进行含量测定,但由于在近波长下的末端吸收较为严重且人参皂苷 Rf 的分离效果差,故尝试采用 UPLC-QqQ-MS/MS 对其上述人参皂苷类成分进行测定,结果很好地解决了上述问题,可快速、准确地对人参皂苷类成分进行定量分析^[7]。因此,本实验采用 UPLC-QqQ-MS/MS 测定不同蒸制时长及蒸制压力下人参中 6 种人参皂苷类成分的含量,结合 R 值比较,确定红参的最佳蒸制方式。

1 材料

UPLC H-Class Xevo TQD 型液质联用仪(美国 Waters 公司,包括 MassLynx 4.0 工作站),FA1004B 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司),AE240 型分析天平(瑞士 Mettler-Toledo 公司),WGL-125B 型电热鼓风干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司),X/WT 型数显调节仪电热恒温水浴锅(余姚市显星仪器有限公司),Milli-Q 型超纯水仪(美国 Millipore 公司),WQC50A 型可调压电压力锅(美的集团有限公司)。

鲜人参、生晒参为五加科植物人参 *Panax ginseng* 的干燥根及根茎,购自吉林白山林村天津盛实百草中药科技股份有限公司人参种植基地,均经辽宁中医药大学翟延君教授鉴定,符合 2015 年版《中国药典》(一部)相关项下要求;人参皂苷 Rg₁,

Re, Rf, Rb₁, Rc, Rb₂ 对照品 (大连美仑生物技术有
限公司, 批号分别为 A0503AS, S0317AS, J0404AS,
D0718AS, O0303AS, J0322AS, 纯度均 > 98%); 水为
超纯水, 乙腈、甲酸均为色谱纯, 其余试剂均为分
析纯。

表 1 不同蒸制时长红参样品的炮制方法

Table 1 Processing methods of red ginseng samples under different steaming time

规格	炮制方法
鲜人参个蒸	将鲜人参净制, 置于锅内, 分别蒸制 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h, 取出, 干燥
生晒参个蒸	取个头适中的生晒参, 置于锅内, 分别蒸制 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h, 取出, 干燥
鲜人参片蒸	取净制后的鲜人参, 切制成片, 置于锅内, 分别蒸制 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h, 取出, 干燥
生晒参片蒸	取生晒参, 置于锅内, 软化后趁热切制成片, 干燥。将生晒参片置于锅内, 分别蒸制 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 h, 取出, 干燥
鲜人参蒸后切片	取鲜人参个蒸 1 ~ 8 h 干燥后的红参, 软化后趁热切制成片, 干燥
生晒参蒸后切片	取生晒参个蒸 1 ~ 8 h 干燥后的红参, 软化后趁热切制成片, 干燥

2.1.2 不同蒸制压力红参样品 取适量鲜人参、生
晒参药材进行炮制, 具体规格及炮制方法见表 2, 各

表 2 不同蒸制压力红参样品的炮制方法

Table 2 Processing methods of red ginseng samples under different steaming pressure

规格	炮制方法
鲜人参加压个蒸	将鲜人参净制, 置于高压锅内, 常压蒸制 3 h 及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h, 取出, 干燥
生晒参加压个蒸	取个头适中的生晒参, 置于高压锅内, 常压蒸制 3 h 及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h, 取出, 干燥
鲜人参片加压蒸	取净制后的鲜人参, 切制成片, 置于高压锅内, 常压蒸制 3 h 及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h, 取出, 干燥
生晒参片加压蒸	取生晒参, 软化趁热切制成片, 干燥。将生晒参片置于高压锅内, 常压蒸制 3 h 及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h, 取出, 干燥
鲜人参加压蒸后切片	取鲜人参常压及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h 干燥后的红参, 软化后趁热切制成片, 干燥
生晒参加压蒸后切片	取生晒参常压及加压 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 kPa 蒸制 3 h 干燥后的红参, 软化后趁热切制成片, 干燥

Rg₁, Re, Rf, Rb₁, Rc, Rb₂ 对照品适量, 用 70% 甲醇
稀释并定容, 得质量浓度分别为 0.223, 0.198,
0.194, 0.215, 0.460, 0.432 g·L⁻¹ 的对照品储备液,
摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 备用。精密吸取
上述 6 种对照品储备液适量, 用 70% 甲醇配成人参
皂苷 Rg₁, Re, Rf, Rb₁, Rc, Rb₂ 质量浓度分别为
22.3, 19.8, 19.5, 21.5, 46.0, 43.2 mg·L⁻¹ 的混合对
照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取干燥后的样品适量, 粉
碎, 过四号筛, 精密称取 1.0 g; 取鲜品适量, 切碎, 精
密称取 2.5 g^[8]。将各供试样品置于圆底烧瓶中, 加
入 20 倍量 70% 甲醇, 称定质量, 回流 1 h, 放冷, 称
定质量, 加 70% 甲醇补足减失的质量, 使用定量滤
纸过滤, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 作为供试品溶

2 方法与结果

2.1 样品的制备^[1]

2.1.1 不同蒸制时长红参样品 取适量鲜人参、生
晒参药材进行炮制, 具体规格及炮制方法见表 1, 各
样品均平行制备 3 份。

样品均平行制备 3 份。

2.2 对照品溶液的制备 分别精密称定人参皂苷

液, 于 4 °C 低温储藏。

2.4 色谱条件 ACQUITY UPLC BEH C₈ 色谱柱
(2.1 mm × 100 mm, 1.7 μm), 流动相 0.1% 甲酸水
溶液 (A)-0.1% 甲酸乙腈溶液 (B) 梯度洗脱 (0 ~
4 min, 81% ~ 79% A; 4 ~ 6.3 min, 79% ~ 75% A;
6.3 ~ 6.5 min, 75% ~ 71% A; 6.5 ~ 9.5 min, 71% A;
9.5 ~ 16.5 min, 71% ~ 68.5% A; 16.5 ~ 16.6 min,
68.5% ~ 60% A; 16.6 ~ 19 min, 60% ~ 100% A), 流
速 0.4 mL·min⁻¹, 柱温 35 °C, 进样量 1 μL。

2.5 质谱条件^[9] 选择电喷雾离子源 (ESI) 和负
离子采集模式, 毛细管电离电压 2.5 kV, 脱溶剂气
温度 350 °C, 脱溶剂气流量 700 L·h⁻¹, 锥孔气流量
50 L·h⁻¹, 利用多反应监测 (MRM) 模式采集, 采集
范围 m/z 100 ~ 1 500, 详细质谱条件见表 3, 6 种

人参皂苷类成分的 MRM 模式质谱图见图 1。

表 3 人参中 6 种人参皂苷类成分的质谱检测参数

Table 3 MS detection parameters of six ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma

成分	t_R /min	m/z	锥孔电压 /V	碰撞能量 /eV
人参皂苷 Rg ₁	5.11	799.59 ~ 637.49	72	30
人参皂苷 Re	5.39	945.54 ~ 475.79	60	51
人参皂苷 Rf	9.13	799.59 ~ 475.49	78	38
人参皂苷 Rb ₁	12.99	1 107.59 ~ 783.97	60	51
人参皂苷 Rc	14.19	1 077.58 ~ 783.96	60	46
人参皂苷 Rb ₂	15.71	1 077.75 ~ 191.19	60	51

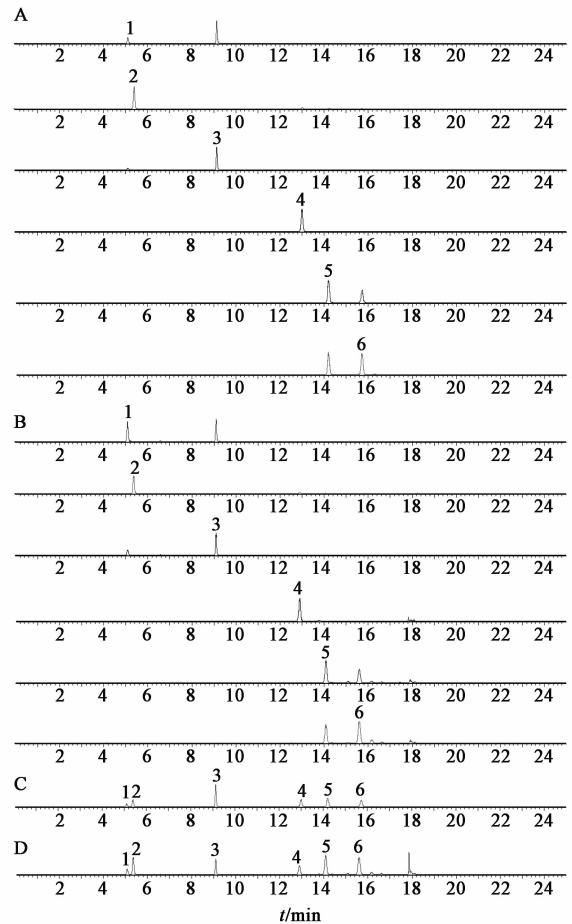
2.6 方法学考察

2.6.1 线性关系考察 分别精密量取各对照品储备液适量,用 70% 甲醇稀释制得系列对照品溶液,按 2.4 和 2.5 项下条件测定,以各对照品的质量浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,绘制标准曲线,进行线性回归计算。结果表明各成分质量浓度在一定范围内与峰面积呈良好线性关系,见表 4。

2.6.2 精密度试验 精密吸取 2.2 项下混合对照品溶液适量,按 2.4 和 2.5 项下条件连续测定 6 次。结果人参皂苷 Rg₁, Re, Rf, Rb₁, Rc, Rb₂ 峰面积的 RSD 依次为 3.8%, 2.2%, 4.1%, 3.6%, 1.2%, 3.5%, 说明仪器精密度良好。

2.6.3 稳定性试验 精密吸取生晒参片蒸供试品溶液适量,分别于制备后 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 按 2.4 和 2.5 项下条件进样测定,结果人参皂苷 Rg₁, Re, Rf, Rb₁, Rc, Rb₂ 峰面积的 RSD 依次为 3.7%, 1.6%, 2.6%, 2.1%, 3.1%, 3.1%, 说明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.6.4 重复性试验 称取生晒参片蒸样品 6 份,每份约 1.0 g,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,按 2.4 和 2.5 项下条件测定,结果人参皂苷 Rg₁, Re, Rf,



A, C. 对照品; B, D. 供试品; 1. 人参皂苷 Rg₁; 2. 人参皂苷 Re; 3. 人参皂苷 Rf; 4. 人参皂苷 Rb₁; 5. 人参皂苷 Rc; 6. 人参皂苷 Rb₂

图 1 生晒参片蒸中 6 种人参皂苷类成分的 MRM 模式 (A, B) 和总离子流 (C, D)

Fig. 1 MRM model (A, B) and total ion current (C, D) chromatograms of six ginsenosides in steamed slices of sundried ginseng

Rb₁, Rc, Rb₂ 平均质量分数分别为 0.926, 2.06, 0.319, 1.95, 4.27, 2.10 mg·g⁻¹, RSD 依次为 3.4%, 1.0%, 1.3%, 1.4%, 3.5%, 1.6%, 表明该方法重复性良好。

表 4 人参中 6 种人参皂苷类成分的线性关系考察

Table 4 Linear relationship of six ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma

成分	回归方程	线性范围/g·L ⁻¹	r	定量限(LOQ)/g·L ⁻¹
人参皂苷 Rg ₁	$Y = 19\,542.5X - 131.650\,0$	0.002 2 ~ 0.111 5	0.999 7	0.002 2
人参皂苷 Re	$Y = 42\,779.4X + 67.182\,2$	0.001 9 ~ 0.198 0	0.999 6	0.001 9
人参皂苷 Rf	$Y = 134\,809.0X + 211.028\,0$	0.001 9 ~ 0.038 8	0.999 7	0.001 9
人参皂苷 Rb ₁	$Y = 66\,384.2X - 213.962\,0$	0.002 2 ~ 0.215 0	0.999 6	0.002 2
人参皂苷 Rc	$Y = 20\,696.2X - 23.707\,1$	0.004 6 ~ 0.460 0	0.999 5	0.046 0
人参皂苷 Rb ₂	$Y = 37\,337.3X - 6.710\,3$	0.004 3 ~ 0.432 0	0.999 9	0.004 3

2.6.5 加样回收试验 精密称取生晒参片蒸样品粉末约 1.0 g, 共 6 份, 分别精密吸取不同体积的 2.2 项下 6 种对照品溶液, 按 2.3 项下方法制备供试品溶液, 按 2.4 和 2.5 项下条件测定, 计算回收率, 结果见表 5。

2.7 不同蒸制时长下 6 种人参皂苷类成分总量及 R 值 取各样品的供试品溶液适量, 按 2.4 和 2.5 项下条件测定, 得不同蒸制时长下 6 种人参皂苷类成分总量及 R 值的变化趋势, 见图 2。结果发现当蒸制时长为 3 h 与 4 h 时, 生晒参各炮制品中 6 种人参皂苷类成分总量较高, R 值在 3 h 时较小; 鲜人参各炮制品中 1~3 h 时有上升趋势, 在 4 h 时鲜人参先蒸后切呈现明显下降趋势, R 值在 3, 4 h 较小。

2.8 不同蒸制压力下 6 种人参皂苷类成分总量及 R 值 取各样品的供试品溶液适量, 按 2.4 和 2.5 项下条件测定, 得不同蒸制压力下 6 种人参皂苷类成分总量及 R 值的变化趋势, 见图 3。结果发现在加压蒸制过程中, 随着压力的增加, 生晒参与鲜人参组中的 6 种人参皂苷总量呈大幅度下降趋势, R 值明显升高。

3 讨论

本实验分别考察了 6 种人参皂苷类成分在正、负离子模式下的响应强度, 通过比较发现, 负离子模式下的响应强度高于正离子模式, 故最终选择负离子模式对其进行检测。在预试验中, 流动相系统分别考察了水-乙腈、甲酸水溶液-甲酸乙腈溶液梯度洗脱, 结果发现甲酸水溶液-甲酸乙腈溶液作为流动相时, 能够明显优化峰形, 提高质谱响应。

在色谱柱的选择上, 比较了 ACQUITY UPLC BEH C₈ 色谱柱 (2.1 mm × 100 mm, 1.7 μm) 与 Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm × 50 mm, 1.7 μm)。C₈ 色谱柱键合到硅胶上的烷烃是 8 个碳, 而 C₁₈ 色谱柱键合到硅胶上的烷烃则是 18 个碳。二者极性不同, C₈ 色谱柱适合分析弱极性物质中极性稍强的一类; C₁₈ 色谱柱适合分析弱极性物质中极性更弱的一类。因此, C₈ 色谱柱更适合分析大分子类物质, 相反相对分子质量较小的物质通常用 C₁₈ 色谱柱来分析和分离。人参皂苷类成分相对分子质量较大。在预试验过程中, C₁₈ 色谱柱无法获得成分的有效分离, 而 C₈ 色谱柱实现了对这 6 种皂苷类成分的良好分离, 故最终选择 C₈ 色谱柱。

在本研究中笔者引入了 R 值这一概念, 并结合 6 种人参皂苷类成分的含量总和, 其目的是兼顾人参的补益功效和燥性两方面的考量。目前, 日韩学

表 5 人参中 6 种人参皂苷类成分含量测定的加样回收试验

Table 5 Recovery test for determination of six ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma

成分	称样量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
人参皂苷 Rg ₁	1.023	0.947	0.714	1.657	99.4	99.6	1.1
	1.019	0.944	0.714	1.644	98.0		
	1.006	0.932	0.714	1.649	100.4		
	1.011	0.936	0.714	1.641	98.7		
	1.017	0.942	0.714	1.655	99.9		
	1.021	0.945	0.714	1.667	101.1		
人参皂苷 Re	1.023	2.107	1.58	3.703	101.0	100.1	1.0
	1.019	2.099	1.58	3.670	99.4		
	1.006	2.072	1.58	3.633	98.8		
	1.011	2.083	1.58	3.682	101.2		
	1.017	2.095	1.58	3.686	100.7		
	1.021	2.103	1.58	3.672	99.3		
人参皂苷 Rf	1.023	0.326	0.31	0.631	98.4	99.3	1.4
	1.019	0.325	0.31	0.635	100.0		
	1.006	0.321	0.31	0.624	97.7		
	1.011	0.323	0.31	0.628	98.4		
	1.017	0.324	0.31	0.634	100.0		
	1.021	0.326	0.31	0.640	101.3		
人参皂苷 Rb ₁	1.023	1.995	1.55	3.523	98.6	99.9	1.1
	1.019	1.987	1.55	3.526	99.3		
	1.006	1.962	1.55	3.515	100.2		
	1.011	1.971	1.55	3.543	101.4		
	1.017	1.983	1.55	3.518	99.0		
	1.021	1.991	1.55	3.553	100.8		
人参皂苷 Rc	1.023	4.368	3.31	7.731	101.6	99.4	1.5
	1.019	4.351	3.31	7.648	99.6		
	1.006	4.296	3.31	7.622	100.5		
	1.011	4.317	3.31	7.564	98.1		
	1.017	4.343	3.31	7.580	97.8		
	1.021	4.360	3.31	7.640	99.1		
人参皂苷 Rb ₂	1.023	2.148	1.73	3.871	99.6	99.5	1.1
	1.019	2.140	1.73	3.851	98.9		
	1.006	2.113	1.73	3.862	101.1		
	1.011	2.123	1.73	3.820	98.1		
	1.017	2.136	1.73	3.874	100.5		
	1.021	2.144	1.73	3.857	99.0		

者关于人参中的 R 值研究较多, 认为 R 值是人参生物活性的关键参数。经研究发现, 人参三醇型

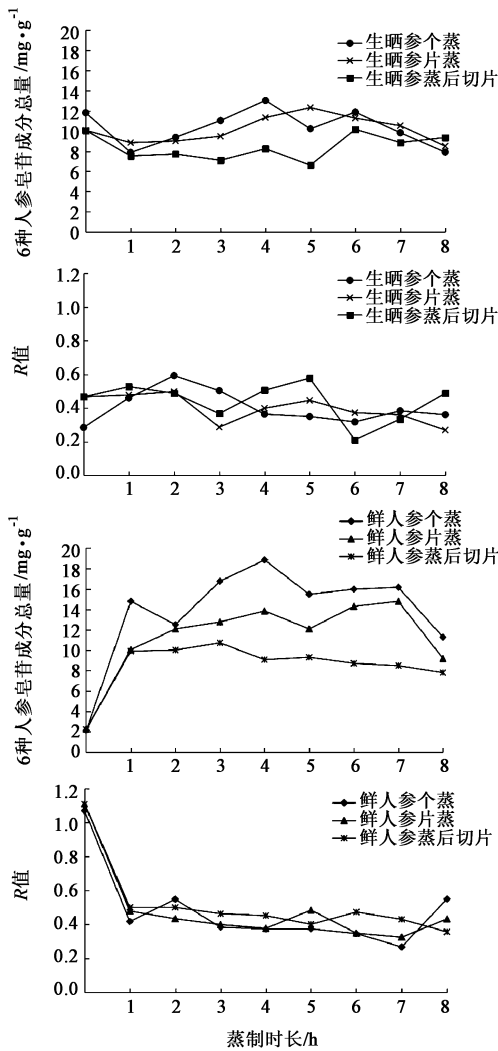


图 2 不同蒸制时长人参样品中 6 种人参皂苷成分总量及 R 值的变化趋势

Fig. 2 Variation trend of total content and R value of six ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma under different steaming time

皂苷可通过增强大鼠体内一氧化氮的释放来促进血管舒张,从而引起机体到皮肤的热量传导,因此,认为三醇型人参皂苷可能是人参致热作用的原因^[10-11]。故本文选取三醇型人参皂苷 Rg₁, Re, Rf 和二醇型人参皂苷 Rb₁, Rc, Rb₂ 作为考察人参蒸制工艺的指标,比较不同蒸制时长及压力对 R 值的影响。由本文研究数据可知,鲜人参组及生晒参组各样品经蒸制后 R 值均会呈现不同程度的下降。在此基础上,笔者推测人参蒸制后 R 值降低,会减少其燥性,并可以减轻类似“热感”的副作用。

综上所述,笔者综合 6 种人参皂苷类成分总量及 R 值为考察指标,针对红参目前在制备过程中工艺不统一的问题,优化了红参的炮制工艺。①关于

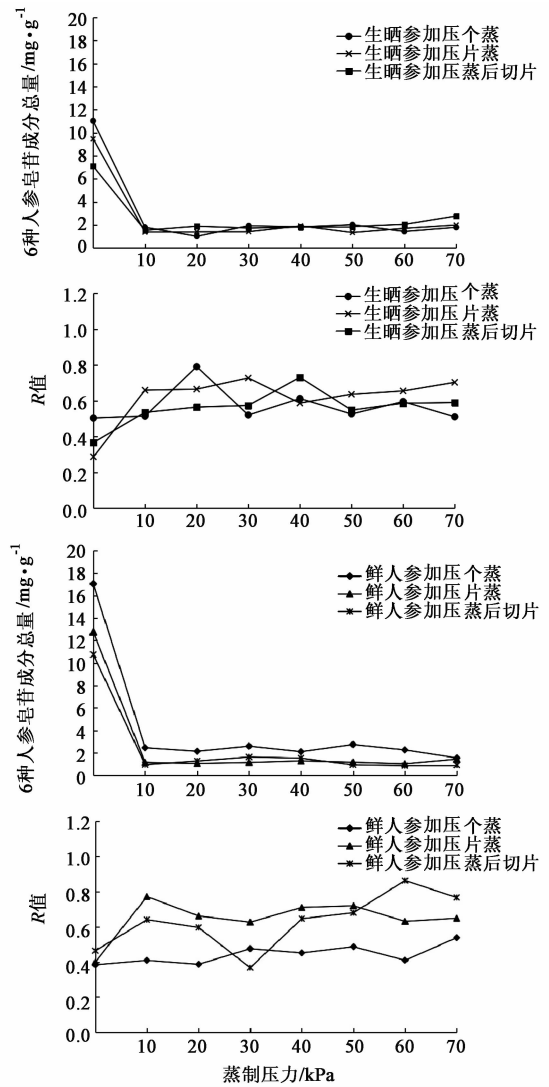


图 3 不同蒸制压力人参样品中 6 种人参皂苷成分总量及 R 值的变化趋势

Fig. 3 Variation trend of total content and R value of six ginsenosides in Ginseng Radix et Rhizoma under different steaming pressure

红参蒸制时长和蒸制压力的考察,以往的炮制方法为蒸制 2~3 h,通过本文研究发现,当蒸制时长为 3 h 时,所有样品组中 6 种人参皂苷类成分总和较高;在不同蒸制压力条件下,所有样品组在常压蒸制时,6 种人参皂苷类成分总量较高;故确定人参常压蒸制 3 h 时为最佳炮制方式。②关于红参蒸制所选原料的考察,通过对比鲜人参蒸和生晒参蒸的实验结果,发现用鲜人参蒸制时 6 种人参皂苷类成分总量更高,同时 R 值更小,提示在制备红参个时,建议选用鲜人参为原料较为合理。③关于所制备红参片的制备工序考察,在对比不同工序的实验结果后发现,选用先切后蒸的加工方式,6 种人参皂苷类成分的总量均高于先蒸后切的炮制品,且 R 值较小,提

示制备红参片的方式为先切后蒸的方式蒸制3 h。本实验结合6种人参皂苷类成分总量及R值来考察红参及红参片的质量,从而确定二者的最佳蒸制方式。但由于人参R值方面的相关参考文献报道较少,缺少完善的药效学研究,后续应将针对这一方面进行深入研究。

[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,2015:8.

[2] 黎阳,张铁军,刘素香,等. 人参化学成分和药理研究进展[J]. 中草药,2009,40(1):164-166.

[3] SHAN S M, LUO J G, HUANG F, et al. Chemical characteristics combined with bioactivity for comprehensive evaluation of *Panax ginseng* C. A. Meyer in different ages and seasons based on HPLC-DAD and chemometric methods [J]. J Pharmaceut Biomed,2014,89:76-82.

[4] 王世伦,金键. 人参主要化学成分及皂苷提取方法研究进展[J]. 人参研究,2019,31(3):54-57.

[5] KIM D, KIM M, HAN J, et al. Seasonal variation and possible biosynthetic pathway of ginsenosides in Korean Ginseng *Panax ginseng* Meyer [J]. Molecules, 2018, 23

(7):E1824.

[6] ZHANG Y C, LI G, JIANG C, et al. Tissue-specific distribution of ginsenosides in different aged ginseng and antioxidant activity of ginseng leaf[J]. Molecules,2014, 19(11):17381-17399.

[7] 谢艳香,姜二岗,戴天明,等. LC-MS/MS同时测定鸡矢藤提取物中4个主要有效成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(18):57-62.

[8] 刘志,阮长春,刘天志,等. HPLC法同时测定林下参、鲜人参、生晒参和红参中14种人参皂苷[J]. 中草药,2012,43(12):2431-2434.

[9] 王玉方,金春爱,赵卉,等. UPLC-ESI-MS/MS法测定人参、红参和西洋参中多种皂苷含量[J]. 特产研究,2019,41(3):58-66.

[10] KANG S Y, SCHINI-KERTH V B, KIM N D. Ginsenosides of the protopanaxatriol group cause endothelium-dependent relaxation in the rat aorta [J]. Life Sci,1995,56(19):1577-1586.

[11] CHARKOUDIAN N. Mechanisms and modifiers of reflex induced cutaneous vasodilation and vasoconstriction in humans [J]. J Appl Physiol,2010,109(4):1221-1228.

[责任编辑 刘德文]