



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110507682 A

(43)申请公布日 2019. 11. 29

(21)申请号 201910874407.X

(22)申请日 2019.09.17

(71)申请人 吉林人参研究院(吉林省长白山天然药物研究院)

地址 134001 吉林省通化市龙泉路666号

(72)发明人 曹志强 李蕾 杨怀雷 初赛君  
徐芳菲 和法明 韩士冬 姜子恒

(51)Int.Cl.

A61K 36/258(2006.01)

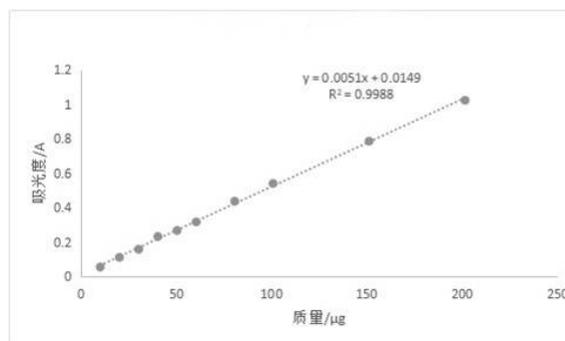
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种以干三七为原料加工黑三七的方法

(57)摘要

本发明涉及三七加工领域,即一种以干三七为原料加工黑三七的方法。其步骤如下:(1)选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至98~100℃;(2)保持蒸制设备温度98~100℃,蒸制55~60小时。(3)切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至50~60℃时打开蒸制设备。(4)晾凉蒸制完毕的三七,置51~55℃干燥室干燥至含水≤14%时取出即为成品。采用上述加工工艺,可以最大限度的提高三七中的人参皂苷Rg<sub>3</sub>、Rg<sub>5</sub>、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>、Rh<sub>1</sub>等稀有皂苷以及三七皂苷R<sub>2</sub>的含量,使原料干三七原生皂苷最大限度转化为稀有单体皂苷,并且能保持这些稀有皂苷不再继续水解。采用上述工艺加工的黑三七,人参皂苷Rg<sub>3</sub>、人参皂苷Rg<sub>5</sub>、人参皂苷Rk<sub>1</sub>、人参皂苷Rk<sub>3</sub>、人参皂苷Rh<sub>1</sub>以及三七皂苷R<sub>2</sub>六种有效成分含量大幅度提高,2~33倍不等,此加工工艺稳定,加工效率高,效果显著。



1. 一种以干三七为原料加工黑三七的方法,其特征在于步骤如下:

- (1) 选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至98~100℃;
- (2) 保持蒸制设备温度98~100℃,蒸制55~60小时;
- (3) 切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至50~60℃时打开蒸制设备;
- (4) 晾凉蒸制完毕的三七,置51~55℃干燥室干燥至含水 $\leq$ 14%时取出即为成品。

## 一种以干三七为原料加工黑三七的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及三七加工领域,即一种以干三七为原料加工黑三七的方法。

### 背景技术

[0002] 三七为五加科多年生草本植物三七 *Panax notoginseng* (Burk.) F.H.Chen 的根。始载于《本草纲目》,在我国已有400多年的栽培历史,主产于云南、广西等地。三七味甘,微苦,温,归肝、胃、大肠经,其根、茎、叶、花均可入药。三七复杂的化学成分是其良好功效的基础,三七的药理作用主要体现在对血液系统、心血管系统、脑血管系统、神经系统、代谢、免疫调节系统等的影影响。皂苷类化合物是三七的主要化学成分,也是三七中公认的主要有效成分之一。

[0003] 迄今为止,已从三七中发现了80多种皂苷类化合物,而且不断有新的化合物被发现。三七中的皂苷类成分均为达玛烷型四环三萜,未发现含有齐墩果酸型皂苷。从苷元角度分类,三七中的皂苷可分为 20(S)-原人参二醇型皂苷(PDS)和 20(S)-原人参三醇型皂苷(PTS);从皂苷角度分类,三七中皂苷大致可分为人参皂苷、三七皂苷和七叶胆皂苷等。三七中皂苷含量以人参皂苷R<sub>g1</sub>和R<sub>b1</sub>最高,同时还含有人参皂苷R<sub>b2</sub>、R<sub>d</sub>、R<sub>e</sub>、R<sub>g2</sub>、R<sub>h1</sub>和三七皂苷R<sub>1</sub>等。

[0004] 目前市场上的三七产品一般为生三七和熟三七两种,三七是一味典型的生、熟异用的中药。传统中医及民间对三七均有“生撵熟补”之说,即认为生三七化疲止血、消肿止痛力强,大凡疲血性出血、跌打损伤、疲肿疼痛皆宜。熟三七止血化疲作用较弱,偏于补虚强壮,多用于虚损劳伤,气血不足者。生熟三七功效的差异性是由其炮制前后化学成分的变化引起的,尤其以皂苷类(包括总皂苷及单体皂苷)成分的变化比较明显。目前,熟三七的炮制方法有油炸法、蒸制法、熏制法、砂炒法等,其中油炸法、熏制法和砂炒法都是比较传统的方法,操作不便,而且不利于皂苷类成分转化,甚至破坏其结构。熟三七炮制方法多采用蒸制法,在炮制过程中,皂苷成分会发生水解反应,但因加工时间、温度等参数没有具体要求,水解不完全,产品质量参差不齐。三七的炮制方法多数是针对生三七炮制工艺进行研究,有文献报道,生三七在炮制前三七皂苷R<sub>1</sub>、人参皂苷R<sub>g1</sub>、人参皂苷R<sub>e</sub>、人参皂苷R<sub>h1</sub>、人参皂苷R<sub>b1</sub>、人参皂苷R<sub>d</sub>、人参皂苷R<sub>k3</sub>、人参皂苷R<sub>g3</sub>含量分别为1.10%、4.41%、0.38%、0.22%、4.02%、0.85%、0%、0%,经炮制后上述几种皂苷含量分别为1.02%、3.08%、0.44%、0.39%、2.82%、0.59%、0.16%、0.25%、0.09%、0.03%,稀有皂苷人参皂苷R<sub>h1</sub>、人参皂苷R<sub>k3</sub>、人参皂苷R<sub>g3</sub>分别提高了1.77倍、0.09倍、0.03倍。由数据可知,在三七炮制工艺研究中,只是对三七进行了简单的炮制得到熟三七,其中单体皂苷并没有明显的变化。

[0005] 随着科技的不断发展,人参皂苷R<sub>g3</sub>、人参皂苷R<sub>g5</sub>、人参皂苷R<sub>k1</sub>、人参皂苷R<sub>h1</sub>等稀有单体皂苷,具有抗肿瘤的功功效,并能明显提高肌体免疫力已经被世人认知并共识。

[0006] 黑三七是以三七为原料,经过蒸制、干燥加工的黑色或深棕色的产品。通过加工炮制,三七中的主要单体皂苷通过水解转化为人参皂苷R<sub>g3</sub>、人参皂苷R<sub>g5</sub>、人参皂苷R<sub>k1</sub>、人参皂苷R<sub>k3</sub>、人参皂苷R<sub>h1</sub>等稀有皂苷以及三七皂苷R<sub>2</sub>,药理研究表明以上稀有皂苷具有更强的

抗肿瘤、抗炎、提高免疫力、益智、保护心血管等药理作用,药用价值及产品附加值大幅度提升,具有很好的开发前景。

[0007] 目前市场上尚未有黑三七产品,也无相关文献对黑三七加工工艺进行报道。根据高温蒸制可以使皂苷类物质水解的基本原理,我们设计了一种高转化率、低成本、时间短、工艺简单的黑三七加工工艺,用以填补现阶段国内及国际黑三七加工工艺的空白,为社会提供高质量的黑三七产品。本发明的研究给加工三七产品的从业者提供一套切实可行的新加工技术,意义重大。该工艺倡导绿色生产,工艺方法简单、高效、稳定、环保,因此必将给三七产业带来显著的经济效益和社会效益。“黑三七”加工工艺所用设备通用、工艺简单、经济适用,可操作性强,便于三七加工企业掌握接受,可进行大面积推广应用,实现三七加工产业的规模化、集约化生产,为三七产业服务,为人类大健康事业服务。

### 发明内容

[0008] 本发明的目的是发明一种高转化率、低成本、时间短、工艺简单的三七新产品加工工艺,用以填补现阶段国内及国际黑三七加工工艺的空白,为社会提供高质量的黑三七产品。发明所解决的问题是在最短的时间内完成黑三七加工,并使所加工的黑三七有效成分人参皂苷Rg<sub>3</sub>、人参皂苷Rg<sub>5</sub>、人参皂苷Rk<sub>1</sub>、人参皂苷Rk<sub>3</sub>、人参皂苷Rh<sub>1</sub>以及三七皂苷R<sub>2</sub>含量达到最高,通过本发明技术使原料干三七中原生单体皂苷全部转化或最大限度转化为稀有单体皂苷。

[0009] 本发明的技术解决方案是:一种以干三七为原料加工黑三七的方法,其特征在于步骤如下:

(1) 选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至98~100℃。

[0010] (2) 保持蒸制设备温度98~100℃,蒸制55~60小时。

[0011] (3) 切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至50~60℃时打开蒸制设备。

[0012] (4) 晾凉蒸制完毕的三七(不烫手),置51~55℃干燥室干燥至含水≤14%时取出即为成品。

[0013] 工艺说明:

1. 蒸三七温度 98~100℃:保持这个温度范围,可以满足持续的人参单体皂苷和三七单体皂苷的水解转化;当温度超过100℃时,单体皂苷的水解速率将呈现不稳定趋势,单体皂苷极易水解过度,导致稀有皂苷收率大幅度降低,很难获得稳定和可复制的温度和时间,当温度低于98℃时,原生皂苷不易水解或水解不彻底,致使最终黑三七产品中尚存有原生皂苷。

[0014] 2. 蒸制时间 55~60小时:当蒸制温度 98~100℃,持续到 55~60小时时,三七中的人参单体皂苷Rg<sub>3</sub>、Rg<sub>5</sub>、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>、Rh<sub>1</sub>和三七皂苷R<sub>2</sub>含量最高,如果再延长时间,上述皂苷将持续水解,直至水解殆尽。我们详细研究98~100℃不同蒸制时间黑三七蒸制结果,经试验结果验证,确定了以干三七为原料加工黑三七的最佳工艺为:98~100℃蒸制55~60小时,51~55℃干燥至含水≤14%时为最佳工艺,试验数据见表 5。

3. 干燥温度 51~55℃:保持干燥温度为 51~55℃,可以确保黑三七中人参单体皂苷Rg<sub>3</sub>、Rg<sub>5</sub>、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>、Rh<sub>1</sub>以及三七皂苷R<sub>2</sub>不再水解,确保质量稳定。

[0015] 本发明的优点:

1. 本发明实现在最短的时间内完成黑三七加工,使原料干三七原生皂苷最大限度转化为稀有单体皂苷,并且能保持这些稀有皂苷不再继续水解。同时使所加工的黑三七有效成分人参皂苷Rg<sub>3</sub>、人参皂苷Rg<sub>5</sub>、人参皂苷Rk<sub>1</sub>、人参皂苷Rk<sub>3</sub>、人参皂苷Rh<sub>1</sub>等稀有皂苷以及三七皂苷R<sub>2</sub>含量大大提高,分别提高2~33倍不等。蒸制温度控制在98~100℃,使加工者便于掌握,并且饱和蒸汽可控,适用于各种设备;保持蒸制温度 98~100℃,蒸制 55~60小时,可以最大限度的提高三七中的人参单体皂苷Rg<sub>3</sub>、Rg<sub>5</sub>、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>、Rh<sub>1</sub>稀有皂苷以及三七皂苷R<sub>2</sub>含量;干燥温度为51~55℃易于掌握不至于糊锅,不会发生稀有皂苷再水解的现象。经检测,本发明干三七中人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量在0.3214mg/g,人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量在0.4448mg/g,人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量在1.7405mg/g,人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量在0.4563mg/g,人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量在1.2577mg/g,三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量在0mg/g。经此加工工艺加工后,稀有皂苷转化率大大提高,黑三七中人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量在10.7347mg/g,人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量在4.7427mg/g,人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量在15.1502mg/g,人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量在4.2872mg/g,人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量在11.2155mg/g,三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量在1.9860mg/g,含量分别提高33倍、10.7倍、8.7倍、9.4倍、8.9倍、2倍。2、本方法简单、稳定、可靠,加工效率高,技术效果显著。

[0016] 下面将结合实施例对本发明的实施方式作进一步详细描述。

## 附图说明

[0017] 图 1 是三七总皂苷含量测定标准曲线。

## 具体实施方式

### [0018] 实施例1

一种以干三七为原料加工黑三七的方法,其步骤如下:

(1) 选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至 98~100℃。

[0019] (2) 保持蒸制设备温度 98~100℃,蒸制50小时。

[0020] (3) 切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至52℃时打开蒸制设备。

[0021] (4) 晾凉蒸制完毕的三七(不烫手),置51~55℃干燥室干燥至含水13.7%时取出,成品。

[0022] 经检测,黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是7.1250mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是3.5029mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是10.6580mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是3.9648mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是9.8886mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.6241mg/g。

### [0023] 实施例2

一种以干三七为原料加工黑三七的方法,其步骤如下:

(1) 选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至98~100℃。

[0024] (2) 保持蒸制设备温度 98~100℃,蒸制55小时。

[0025] (3) 切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至53℃时打开蒸制设备。

[0026] (4) 晾凉蒸制完毕的三七(不烫手),置51~55℃干燥室干燥至含水13.8%时取出,成品。

[0027] 经检测,黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是8.5916mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是4.1137mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是13.6416mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是4.2969mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是

10.1786mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.7500mg/g。

[0028] 实施例3

一种以干三七为原料加工黑三七的方法,其步骤如下:

(1)选择大小重量趋于一致的干三七置蒸制设备中加热至98~100℃。

[0029] (2)保持蒸制设备温度98~100℃,蒸制60小时。

[0030] (3)切断蒸汽来源,当蒸制设备中温度降至52℃时打开蒸制设备。

[0031] (4)晾凉蒸制完毕的三七(不烫手),置51~55℃干燥室干燥至含水13.6%时取出,成品。

[0032] 经检测,黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是10.7347mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是4.7427mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是15.1502mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是4.2872mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是11.2155mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.9860mg/g。

[0033] 实验例1

采用高效液相色谱法(HPLC)检测样品单体皂苷含量(分析方法见附件1,实验数据见表1-表3)。

[0034] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间50小时,51~55℃干燥室干燥至含水13.7%时制得的黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是7.1250mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是3.5029mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是10.6580mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是3.9648mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是9.8886mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.6241mg/g。

[0035] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间55小时,51~55℃干燥室干燥至含水13.8%时制得的黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是8.5916mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是4.1137mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是13.6416mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是4.2969mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是10.1786mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.7500mg/g。

[0036] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间60小时,51~55℃干燥室干燥至含水13.6%时制得的黑三七人参皂苷Rg<sub>3</sub>含量是10.7347mg/g。人参皂苷Rg<sub>5</sub>含量是4.7427mg/g。人参皂苷Rk<sub>1</sub>含量是15.1502mg/g。人参皂苷Rk<sub>3</sub>含量是4.2872mg/g。人参皂苷Rh<sub>1</sub>含量是11.2155mg/g。三七皂苷R<sub>2</sub>(R)含量是1.9860mg/g。

[0037] 实验例2

采用紫外分光光度法(UV)检测样品总皂苷含量(分析方法见附件1,实验数据见表4)。

[0038] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间95小时,51~55℃干燥室干燥至含水13.8%时制得的黑三七人参总皂苷含量是5.90%。当蒸制温度超过100℃时,由于长时间的高温,致使总皂苷含量大幅度减低,相应的单体皂苷也随之减少。

[0039] 实验例3

不同蒸制时间,干三七中人参单体皂苷、三七皂苷含量的变化数值见表5。

[0040] 表1 干三七 98~100℃(饱和蒸汽)蒸制 50h 人参皂苷含量表(mg/g)

单体皂苷	R <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rd	Rh <sub>1</sub> (S+R)	R <sub>2</sub> (R)	Rg <sub>2</sub> (S+R)	Rg <sub>5</sub>	Rg <sub>3</sub> (S+R)	Rk <sub>3</sub>	Rk <sub>1</sub>
含量(mg/g)	-	0.4118	-	2.3727	1.6257	9.8886	1.6241	1.0169	3.5029	7.1250	3.9648	10.6580

表2 干三七 98~100℃(饱和蒸汽)蒸制 55h 人参皂苷含量表(mg/g)

单体皂苷	R <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rd	Rh <sub>1</sub> (S+R)	R <sub>2</sub> (R)	Rg <sub>2</sub> (S+R)	Rg <sub>5</sub>	Rg <sub>3</sub> (S+R)	Rk <sub>3</sub>	Rk <sub>1</sub>
------	----------------	-----------------	----	-----------------	----	-----------------------	--------------------	-----------------------	-----------------	-----------------------	-----------------	-----------------

含量(mg/g)	-	0.142 4	-	1.839 5	1.359 2	10.1786	1.750 0	1.2177	4.113 7	8.5916	4.296 96 12.45 64	13.6416
----------	---	------------	---	------------	------------	---------	------------	--------	------------	--------	----------------------------	---------

表3 干三七 98~100℃(饱和蒸汽)蒸制 60h 人参皂苷含量表(mg/g)

单体皂苷	R <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rd	Rh <sub>1</sub> (S+R)	R <sub>2</sub> (R)	Rg <sub>2</sub> (S+R)	Rg <sub>5</sub>	Rg <sub>3</sub> (S+R)	Rk <sub>3</sub>	Rk <sub>1</sub>
含量(mg/g)	-	0.1186	-	1.6378	1.1985	11.2155	1.9860	1.3959	4.7427	10.7347	4.2872	15.1502

表4总皂苷含量变化

样品	0h	5h	10h	15h	20h	25h	30h	35h	40h	45h	50h	55h	60h	65h	70h	75h	80h	85h	90h	95h
含量%	5.88	5.79	5.06	5.47	5.39	5.51	5.45	5.41	5.81	5.88	5.81	5.30	5.35	5.10	5.37	5.94	5.32	5.67	5.10	5.90

表5 黑三七中人参单体皂苷、三七皂苷含量的变化数值

含量(mg/g)	R <sub>1</sub>	Rg <sub>1</sub>	Re	Rb <sub>1</sub>	Rd	Rh <sub>1</sub> (S+R)	R <sub>2</sub> (R)	Rg <sub>2</sub> (S+R)	Rg <sub>5</sub>	Rg <sub>3</sub> (S+R)	Rk <sub>3</sub>	Rk <sub>1</sub>
0h	9.7819	35.0434	4.2031	32.3710	6.9751	1.2577	-	0.4872	0.4448	0.3214	0.4563	1.7405
5h	8.7803	24.1932	3.3781	25.0801	5.9572	1.5306	-	0.4254	1.1940	1.0545	0.5342	3.9837
10h	7.2228	20.0280	2.4274	25.2493	5.4256	3.6931	0.5622	0.7252	2.0528	2.3591	0.4156	4.9170
15h	3.2408	14.5626	1.1421	16.4834	4.6063	5.2124	0.5777	0.7828	2.4501	2.9439	2.7162	6.8335
20h	2.3688	7.8943	1.1884	11.0675	3.6039	6.4125	1.1801	0.8418	1.9346	3.1082	2.5656	6.5019
25h	0.9081	4.0957	0.4110	6.9404	2.2871	6.7678	1.1278	0.8419	1.4523	2.7334	2.3536	7.9881
30h	0.5188	2.4025	0.2377	5.8933	2.2499	7.8800	1.2353	0.8810	2.5058	4.6376	3.1342	7.9673
35h	0.5454	1.9688	0.1745	5.3420	2.3422	7.3285	1.6663	0.9510	2.5925	6.0072	2.6275	10.5746
40h	0.1511	0.7233	0.0651	3.5922	1.7434	8.3108	1.5143 1.5975	0.9895	2.9420	5.1079	3.0371	8.0462
45h	0.0859	0.4042	0.0544	3.1519	1.7973	8.9369	1.5237	1.0886	3.2639	6.5076	3.2703	9.3505
50h	-	0.4118	-	2.3727	1.6257	9.8886	1.6241	1.0169	3.5029	7.1250	3.9648	10.6580
55h	-	0.1424	-	1.8395	1.3592	10.1786	1.7500	1.2177	4.1137	8.5916	4.2969	13.6416 12.4564
60h	-	0.1186	-	1.6378	1.1985	11.2155	1.9860	1.3959	4.7427	10.7347	4.2872	15.1502
65h	-	0.0946	-	1.2430	1.0578	10.4522	1.7332	1.1493	4.2642	9.8532	4.0038	13.2093
70h	-	-	-	0.5414	0.7031	9.3835	1.5763	1.1511	3.3890	8.2638	3.3916	12.8164
75h	-	-	-	-	0.2153	8.5682	1.7728	0.8595	3.9380	8.8027	3.8121	10.9217
80h	-	-	-	-	0.3885	9.4152	1.6845	0.6068	3.3722	7.2835	3.8141	10.7333
85h	-	-	-	-	0.3476	8.9369	1.3999	0.7992	3.9859	7.5954	3.8083	11.0223
90h	-	-	-	-	0.2322	8.2585	1.3620	0.6402	3.4397	7.4822	3.5278	10.8575
95h	-	-	-	-	0.2578	8.6116	1.4943	0.8476	3.3543	6.8860	3.3418	10.4175
100h 100h	-	-	-	-	0.2521	5.4259	1.1708	0.6696	2.4402	5.0163	2.1620	7.2833

## 附件1

## 黑三七皂苷含量测定

## 1、对照品溶液的制备

精密称取人参皂苷Re对照品10.08mg,置10mL容量瓶中,加甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即为总皂苷测定的对照品溶液。

[0041] 精密称取R<sub>1</sub>、Rg<sub>1</sub>、Re、Rb<sub>1</sub>、Rd、Rh<sub>1</sub>(S)、Rh<sub>1</sub>(R)、R<sub>2</sub>(R)、Rg<sub>2</sub>(S)、Rg<sub>2</sub>(R)、Rg<sub>5</sub>、Rg<sub>3</sub>(S)、Rg<sub>3</sub>(R)、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>对照品适量,制成R<sub>1</sub>、Rg<sub>1</sub>、Re、Rb<sub>1</sub>、Rd、Rh<sub>1</sub>(S)、Rh<sub>1</sub>(R)、R<sub>2</sub>(R)、Rg<sub>2</sub>(S)、Rg<sub>2</sub>(R)、Rg<sub>5</sub>、Rg<sub>3</sub>(S)、Rg<sub>3</sub>(R)、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>对照品浓度分别为0.2460、0.2530、0.3120、0.2770、0.2610、0.2590、0.2730、0.2830、0.2980、0.2820、0.2590、0.2510、0.2080、0.2200、0.2830mg/mL的混合对照品溶液。

## [0042] 2、供试品溶液的制备

取三七粉末2.0g,加40mL(20倍量)75%乙醇加热回流3h(提取温度约88℃),重复提取2

次,合并滤液,蒸干。残渣加40mL水溶解并转移至分液漏斗中,再加40mL水饱和正丁醇萃取5次,合并正丁醇萃取液,蒸干。残渣加甲醇溶解并转移至10mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即为单体皂苷检测样品。单体皂苷检测样品稀释4倍后即为总皂苷检测样品。

### [0043] 3、总皂苷含量测定

#### 3.1 溶液的配制

8%香草醛乙醇试液:取香草醛0.8g,加无水乙醇使溶解成10mL,即得。

[0044] 72%硫酸溶液:取硫酸72mL,缓缓注入适量水中,冷却至室温,加水稀释至100mL,摇匀,即得。

#### [0045] 3.2 标准曲线的制作

精密吸取人参皂苷Re对照品10 $\mu$ L、20 $\mu$ L、30 $\mu$ L、40 $\mu$ L、50 $\mu$ L、60 $\mu$ L、80 $\mu$ L、100 $\mu$ L、150 $\mu$ L、200 $\mu$ L,置磨口带塞试管中,水浴蒸干甲醇后,加入8%香草醛乙醇试液0.5mL,72%硫酸溶液5mL,充分振摇混匀后置60 $^{\circ}$ C恒温水浴上加热10min,立即用冰水浴冷却10min,摇匀。以试剂做空白,按照分光光度法于544nm波长处分别测定吸光度,绘制浓度吸收曲线,做回归方程,见图1。

#### [0046] 3.3 样品测定

精密吸取供试品溶液20 $\mu$ L,置具塞刻度试管中,蒸干甲醇后,加入8%香草醛乙醇试液0.5mL,72%硫酸溶液5mL,充分振摇混匀后置60 $^{\circ}$ C恒温水浴上将热10min,立即用冰水浴冷却10min,摇匀。以试剂做空白,按照分光光度法于544nm波长处分别测定吸光度,由标准曲线计算出待测样品中总皂苷的含量。

### [0047] 4、皂苷含量测定

#### 4.1 人参单体皂苷Rb<sub>1</sub>、Rd、Rg<sub>3</sub>(S)、Rg<sub>3</sub>(R)、Rk<sub>1</sub>、Rk<sub>3</sub>的含量测定

色谱条件:

柱温:30 $^{\circ}$ C;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:5 $\mu$ L

时间	流动相	乙醇	水
0		27.5	72.5
55		27.5	72.5
70		37	63
100		37	63
120		44	56
125		60	40
155		60	40
160		90	10
185		90	10
188		27.5	72.5
200		27.5	72.5

#### 4.2 人参单体皂苷R<sub>1</sub>、Rg<sub>1</sub>、Re、Rh<sub>1</sub>(S)、Rh<sub>1</sub>(R)、Rg<sub>2</sub>(S)、Rg<sub>2</sub>(R)和三七皂苷R<sub>2</sub>(R)的含量

测定

色谱条件:

柱温:40℃;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:5uL

时间	流动相	乙醇	水
0		19	81
30		19	81
35		22	78
170		22	78
175		90	10
200		90	10
205		19	81
220		19	81

#### 4.3 人参单体皂苷Rg<sub>5</sub>的含量测定

色谱条件:

柱温:40℃;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:5uL

时间	流动相	乙醇	水
0		51	49
35		51	49
45		70	30
60		70	30
65		90	10
90		90	10
91		51	49
105		51	49

#### 4.4 计算公式

含量 =  $S_{\text{样}} \cdot C_{\text{标}} / S_{\text{标}} \cdot 5$ 。

[0048] 上面描述,只是本发明的具体实施方式,各种举例说明不对本发明的实质内容构成限制。

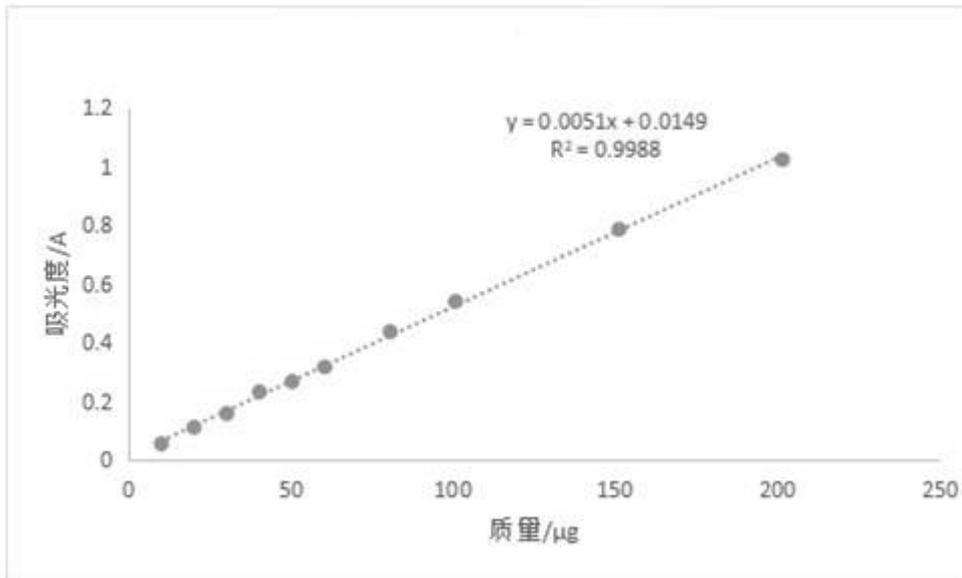


图1