



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109010401 A

(43)申请公布日 2018.12.18

(21)申请号 201811056613.1

(22)申请日 2018.09.11

(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 吉林省通化市东昌区龙泉路666号

(72)发明人 曹志强 韩士冬 查琳 徐芳菲
谢丽娟 蔡树群

(74)专利代理机构 通化旺维专利商标事务有限公司 22205

代理人 王伟

(51)Int.Cl.

A61K 36/258(2006.01)

权利要求书1页 说明书9页 附图1页

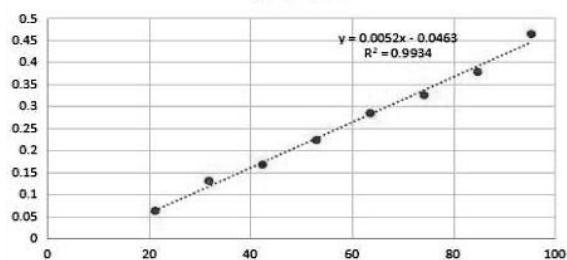
(54)发明名称

一种以生晒参为原料加工黑参的方法

(57)摘要

本发明涉及人参加工领域,即一种以生晒参为原料加工黑参的方法。其步骤如下:(1)选择参龄及大小一致的生晒参置蒸锅中加热至98~100℃。(2)保持蒸锅温度98~100℃蒸制51~55小时。(3)切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅。(4)晾凉蒸制完毕的人参,置50~55℃干燥室干燥至含水 $\leq 12\%$ 时取出即为成品。采用上述加工工艺,可以最大限度的提高人参中的人参单体皂苷Rg3、Rg5等人参稀有皂苷的含量,使原料生晒参原有各种人参单体皂苷转化最大限度转化为人参稀有单体皂苷,并且能保持这些稀有苷不在继续水解。黑参有效成分人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5等比传统工艺加工的有效成分大大提高,工艺稳定,加工效率高,效果显著。

Re标准曲线



1. 一种以生晒参为原料加工黑参的方法,其特征在于步骤如下:

- (1) 选择参龄及大小一致的生晒参置蒸锅中加热至98~100℃;
- (2) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制51~55小时;
- (3) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅;
- (4) 晾凉蒸制完毕的人参,置50~55℃干燥室干燥至含水 $\leq$ 12%时取出即为成品。

一种以生晒参为原料加工黑参的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及人参加工领域,即一种以生晒参为原料加工黑参的方法。

背景技术

[0002] 在现有技术中,黑参是目前人参加工行业的新品种,黑参产品中以黑参内含提高人体免疫力的活性物质如:人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5等高的特点,而优于生晒参和红参,生晒参不含人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5等人参稀有皂苷,上述稀有人参皂苷的产生是通过黑参加工过程中的梅拉德反应(加热反应)而产生的。然而,由于黑参的加工工艺不同,导致黑参产品中诸如人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5等稀有苷的含量参差不齐,现有市售黑参产品人参皂苷Rg3含量见表1。

[0003] 表1 不同黑参产品中人参单体皂苷Rg3含量表

序号	不同产地、不同年生、不同原料	Rg ₃ (S+R) (ng/g)
1	韩国某某专利的黑参产品(数据来自网络)	2.726
2	通化六年红参,蒸制84小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)2天	1.600
3	抚松五年红参,蒸制84小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)2天	3.300
4	通化四年红参,蒸制51小时,干燥24小时,常温干燥(晾晒)14天	2.800
5	通化四年生晒参,蒸制121小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)2天	2.100
6	通化五年鲜参,蒸制49小时,干燥54小时,常温干燥(晾晒)6天	3.400
7	抚松四年生晒参蒸制87小时,干燥24小时,常温干燥(晾晒)2天	1.400
8	抚松三年生晒参,蒸制82小时,干燥24小时,常温干燥(晾晒)2天	0.200
9	通化三年生晒参,蒸制94小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)4天	0.600
10	抚松三年红参蒸制84小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)2天	1.900
11	通化五年生晒参,蒸制84小时,干燥36小时,常温干燥(晾晒)2天	2.300
12	抚松四年红参,蒸制58小时,干燥24小时,常温干燥(晾晒)4天	1.800
13	通化五年红参,蒸制45小时,干燥24小时,常温干燥(晾晒)13天	3.100
14	抚松万良四年人参,康美新开河提供	3.000
15	集安四年人参,康美新开河提供	1.300
16	集安四年人参,康美新开河提供	1.700
17	韩国锦山某某制药厂高丽黑参	2.900
18	韩国锦山某某黑参	3.600
19	韩国锦山某某黑参	2.600
20	韩国锦山某某黑参	3.700
21	吉林某某酶转化法黑参	1.000
22	长白山皇封参业	2.600
23	吉林维伊康	2.000
24	通化某某合资企业黑参	2.278
25		2.605
26		2.430

传统的黑参加工工艺是采用九蒸九曝的加工方法,该加工工艺,加工时间长,由于该工艺是分段蒸制,导致温度积累和温度连续积累的时间不足,致使黑参中的有效成分并没有彻底或有计划的转化;另外还有添加生物酶进行黑参加工的,此种方法由于是水煮加热,所

以人参中的有效成分多数流失到水中,导致参中的有效成分极低。还有由于蒸制温度过高(100℃以上,并且时间较长)而导致部分人参单体皂苷成分过度水解而失效的加工工艺,该工艺加工前和加工后人参总皂苷含量丢失30%以上见表6。

[0004] 目前黑参加工工艺,均表现为加工方法耗时长,一般在100小时~396小时不等,且工序繁冗,产品质量难于掌控,人参单体皂苷Rg3、Rg5等稀有皂苷含量极低,表现为:

1、蒸制温度由高到低变化急剧,温差跨度大,干燥温度过低,蒸制温度过低接近干燥温度,过低的温度人参尚处软化阶段,蒸制和干燥温度调节严格苛刻,蒸制温度提高后温度处于饱和蒸汽和带压状态生产产品质量难于一致;

2、部分工艺蒸制温度处于高压状态,蒸制时间长,鲜参极易破肚,影响黑参产品外观质量。

[0005] 3、传统工艺中反复增加晾晒环节,工序繁琐、难于操作,不利于规模化生产;部分超声处理的产品工艺和添加生物酶进行黑参加工的方法,蒸制温度变化幅度极大,产品质量一致性很难把握,超声处理阶段或添加生物酶后的产品有效成分基本上流失到水介质中或超声作用很难发挥,同时操作复杂。

[0006] 4、以现有技术生产的黑参产品经液相分析,人参单体皂苷 Rg1、Re、Rf、Rb1、Rc、F1、Rb2、Rb3、Rd等尚未转化完全,黑参的有效成分如人参单体皂苷Rg3、Rg5含量极低。或者,由于蒸制温度过高,人参单体皂苷过度水解,人参单体皂苷Rg3、Rg5等稀有皂苷和整体皂苷含量过低,产品质量差。

发明内容

[0007] 本发明的目的是针对上述不足而提供一种以生晒参为原料加工黑参的方法。发明所解决的问题是在最短的时间内完成黑参加工,并使所加工的黑参有效成分人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5以及相应的稀有人参皂苷高于市售黑参产品,通过本发明技术使原料生晒参中原有人参单体皂苷全部转化或最大限度转化为稀有人参单体皂苷。

[0008] 本发明的技术解决方案是:一种以生晒参为原料加工黑参的方法,其特征在于步骤如下:

- (1) 选择参龄及大小一致的生晒参置蒸锅中加热至98~100℃;
- (2) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制51~55小时;
- (3) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅;
- (4) 晾凉蒸制完毕的人参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水 $\leq 12\%$ 时取出即为成品。

[0009] 工艺说明:

1、蒸参温度98~100℃:保持这个温度范围,可以满足持续的人参皂苷单体的水解转化;当温度超过100℃时,人参单体皂苷的水解数率将呈现不稳定趋势,单体皂苷极易水解过度,导致人参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,人参初始皂苷不易水解或水解不彻底,致使最终黑参产品中尚存有人参皂苷初始皂苷,试验数据见表2~6。

[0010] 2、蒸制时间51~55小时:当蒸参温度98~100℃持续到51~55小时时,人参中的人参单体皂苷Rg3、Rg5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

详细研究和对照了90~98℃、98~100℃、100~102℃,三个温度范围的黑参蒸制结果,同时也考察了98~100℃,样品蒸制51~59小时后次生苷的有效含量,反复试验结果,确定了以生晒参为原料加工黑参的最佳工艺为:98~100℃蒸制51~55小时,50~55℃干燥至含水≤12%时为最佳工艺,试验数据见表2~6。

3、干燥温度:50~55℃:保持干燥温度为50~55℃,可以确保黑参中人参单体皂苷Rg3、Rg5等稀有苷不再水解,确保质量稳定。

[0011] 本发明的优点是:1、本发明实现在最短的时间内完成黑参加工,并使所加工的黑参有效成分人参皂苷Rg3、人参皂苷Rg5以及相应的稀有皂苷高于市售黑参产品,或者黑参产品在相同的稀有人参单体皂苷大体一致的前提下本发明可缩短黑参的加工周期100~300小时。通过本发明技术使原料生晒参中原有人参单体皂苷全部转化或最大限度转化为稀有人参单体皂苷。蒸参温度控制在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;保持蒸参温度98~100℃,蒸制51~55小时可以最大限度的提高人参中的人参单体皂苷Rg3、Rg5等稀有苷的含量;干燥温度为50~55℃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,本发明黑参人参皂苷Rg3含量在5.2912~5.4821 mg/g。人参皂苷Rg5含量在8.4057~9.3449mg/g,稀有苷转化率比市售黑参产品大大提高。2、本方法简单、稳定、可靠,加工效率高,技术效果显著。

[0012] 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

[0013] 图1是人参总皂苷含量测定标准曲线。

具体实施方式

[0014] 实施例1

一种以生晒参为原料加工黑参的方法,其步骤如下:

(1) 将500克5年生60支生晒参置蒸锅中加热至98~100℃。

[0015] (2) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制51小时。

[0016] (3) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至52℃时打开蒸锅。

[0017] (4) 晾凉蒸制完毕的人参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.70%时取出,成品。

[0018] 经检测,黑参人参皂苷Rg3含量是5.2912 mg/g。人参皂苷Rg5含量是9.3449mg/g。

[0019] 实施例2

一种以生晒参为原料加工黑参的方法,其步骤如下:

(1) 将500克5年生60支生晒参置蒸锅中加热至98~100℃。

[0020] (2) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制53小时。

[0021] (3) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至53℃时打开蒸锅。

[0022] (4) 晾凉蒸制完毕的人参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.6%时取出,成品。

[0023] 经检测,黑参人参皂苷Rg3含量是5.3684mg/g。人参皂苷Rg5含量是8.7495 mg/g。

[0024] 实施例3

一种以生晒参为原料加工黑参的方法,其步骤如下:

(1)) 将500克5年生60支生晒参置蒸锅中加热至98~100℃。

[0025] (2) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制55小时。

[0026] (3) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至52.5℃时打开蒸锅。

[0027] (4) 晾凉蒸制完毕的人参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.3%时取出,成品。

[0028] 经检测,黑参人参皂苷Rg3含量是5.4821 mg/g。人参皂苷Rg5含量是8.4057 mg/g。

[0029] 实验例1

采用液相色谱法(HPLC)检测样品单体皂苷含量(分析方法见实验例4)

按本申请方法,在98~100℃蒸制时间51小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.7%时制得的黑参人参皂苷Rg3含量是5.2912 mg/g。人参皂苷Rg5含量是9.3449mg/g。

[0030] 在98~100℃蒸制时间53小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.6%时制得的黑参人参皂苷Rg3含量是5.3684mg/g。人参皂苷Rg5含量是8.7495 mg/g。

[0031] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间55小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.3%时制得的黑参人参皂苷Rg3含量是5.4821 mg/g。人参皂苷Rg5含量是8.4057 mg/g。

[0032] 实验例2

采用紫外分光光度法(UV)检测样品总皂苷含量(分析方法见实验例4)

按本申请方法,按90~98℃蒸制时间95小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.8%时制得的黑参人参总皂苷含量是5.29%。

[0033] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间95小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.8%时制得的黑参人参总皂苷含量是5.51%。

[0034] 按本申请方法,在100~102℃蒸制时间95小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.8%时制得的黑参人参总皂苷含量是3.77%。

[0035] 由上述实验结论表明,当蒸参温度超过100℃时,由于长时间的高温,致使人参总皂苷含量大幅度减低,相应的人参单体皂苷也随之减少。

[0036] 实验例3

不同温度及不同蒸制时间,生晒参中人参单体皂苷及总皂苷的变化数值见表2~6

表2 生晒参90~98℃蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	Rg1	Re	Rf	Rb1	Rc	F1	Rb2	Rb3	Rd	F2
0	2.4591	1.6731	0.5636	3.3414	1.6599	-	1.7812	0.7751	0.9459	-
5	2.4759	1.7103	0.4794	3.3115	1.7862	-	1.6273	0.5610	0.7634	-
10	2.3542	1.1631	0.6926	2.0957	1.6311	-	1.1510	0.7156	0.5464	-
15	2.1501	0.6959	0.5050	1.4846	0.8231	-	0.6216	0.5101	0.2313	-
20	1.6857	0.4880	0.2482	1.3513	0.7253	-	0.5516	0.0975	0.2179	-
25	1.1774	0.2748	0.4915	0.9515	0.8412	-	0.2949	0.0699	0.2464	-
30	0.9741	0.0744	0.1265	0.8143	0.4261	-	0.1718	-	0.1416	-
35	0.7814	0.0421	0.1052	0.8013	0.4921	-	0.1145	-	0.1986	-
40	0.1743	-	0.0801	0.7012	0.3748	-	0.0816	-	0.0484	-
45	0.0198	-	0.0869	0.4952	-	-	0.0774	-	0.0446	-
50	-	-	0.0975	0.1743	-	-	-	-	0.0734	-
55	-	-	0.1029	0.0947	-	-	-	-	-	-
60	-	-	0.1056	0.0513	-	-	-	-	-	-
65	-	-	0.2744	-	-	-	-	-	-	-

70	-	-	0.0612	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	0.0744	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	0.0461	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

表2续 生晒参90~98℃蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	PPT	Rg3	Rh2(s)	Rh2(R)	PPD	Rh1(S)	Rg2(S)	Rh1(R)	Rg2(R)	Rg5
0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	-	0.3831	-	-	-	-	-	-	-	0.6540
10	-	1.1874	-	-	-	-	-	-	0.0311	1.1080
15	-	1.5281	-	-	-	0.2161	0.1951	-	0.0373	1.2603
20	-	1.7899	-	-	-	0.3712	0.1284	0.1188	0.0325	1.6674
25	-	1.9459	-	-	-	0.2512	0.1775	0.1984	0.0452	1.9456
30	-	2.1611	-	-	-	0.1681	0.1327	0.1525	0.0584	2.0587
35	-	2.3944	-	-	-	0.2749	0.1190	0.1911	0.0719	2.1485
40	-	2.4861	-	-	0.0101	0.3101	0.1264	0.2280	0.0752	3.3126
45	-	3.6640	-	-	0.0321	0.2714	0.1105	0.2291	0.0354	3.6215
50	-	3.8002	-	-	0.0394	0.2568	0.1415	0.2805	0.0871	4.8942
55	-	3.9688	-	-	0.0811	0.3628	0.1916	0.2177	0.0933	4.0312
60	-	3.7927	-	-	0.0498	0.2480	0.1733	0.2586	0.0768	3.6814
65	-	3.8296	-	-	0.0570	0.2809	0.1225	0.2221	0.0545	3.5739
70	-	3.8629	-	0.1744	0.0132	0.2712	0.0913	0.1795	0.0377	3.8614
75	-	3.8416	-	0.0845	0.0667	0.2743	0.0817	0.1790	0.0454	3.8374
80	-	3.8660	-	0.0849	0.0238	0.2219	0.0780	0.1962	0.0404	3.7422
85	-	3.8231	-	0.0603	0.0381	0.1172	0.0762	0.1279	0.0267	3.7351
90	-	3.8651	-	0.0475	0.0391	0.1534	0.0516	0.2454	0.0472	3.7036

表3 生晒参98~100℃(饱和蒸汽)蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	Rg1	Re	Rf	Rb1	Rc	F1	Rb2	Rb3	Rd	F2
0	2.7489	1.3167	0.6356	3.1344	1.5695	-	1.3782	0.1775	0.5439	-
5	3.6479	1.2710	0.7943	4.1315	1.7628	-	1.3627	0.2056	0.6734	-
10	2.3514	1.3616	0.8269	3.9057	1.6631	-	1.5110	0.1715	0.5440	-
15	1.1350	0.5699	0.4950	1.8084	0.7823	-	0.7362	0.0650	0.3123	-
20	0.4687	0.2808	0.4822	1.0353	0.4725	-	0.4155	0.0759	0.2671	-
25	0.1774	-	0.0649	0.5525	0.2384	-	0.2029	0.0996	0.2044	-
30	-	-	0.0712	0.3814	0.1421	-	0.1677	-	0.1455	-
35	-	-	0.0601	0.1813	0.1249	-	0.1104	-	0.1096	-
40	-	-	0.3480	0.1207	0.0713	-	0.0611	-	0.0804	-
45	-	-	0.1869	0.0495	-	-	-	-	0.0464	-
50	-	-	0.1975	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	0.3079	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	0.2605	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	0.1744	-	-	-	-	-	-	-
70	-	-	0.0642	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	----

表3续 生晒参98~100℃(饱和蒸汽) 蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	PPT	Rg3	Rh2(s)	Rh2(R)	PPD	Rh1(S)	Rg2(S)	Rh1(R)	Rg2(R)	Rg5
0	-	-	-	-	-	0.0697	0.0743	-	-	-
5	-	0.6130	-	-	-	0.0341	0.0626	0.0320	-	0.2198
10	-	0.9813	-	-	-	0.0466	0.0534	0.0105	0.0321	1.4660
15	-	1.5528	-	-	-	0.1661	0.1195	0.0424	0.0317	2.0108
20	-	1.8289	-	-	-	0.3072	0.1842	0.1818	0.0425	3.4650
25	-	2.1349	-	-	-	0.3052	0.1577	0.1598	0.0552	4.2456
30	-	2.4761	-	-	0.0168	0.3681	0.1733	0.2155	0.0598	6.0587
35	-	2.9944	-	-	0.0147	0.2957	0.1910	0.1891	0.0761	6.0064
40	-	3.6286	-	-	0.0610	0.3011	0.1624	0.2088	0.0745	6.3888
45	-	4.2654	-	-	0.0202	0.2471	0.1010	0.2069	0.0454	6.3825
50	-	5.2802	-	-	0.0344	0.2685	0.1144	0.3005	0.0851	9.3684
55	-	5.4837	-	-	0.0841	0.2888	0.1646	0.2717	0.1033	8.4032
60	-	4.8729	-	-	0.0908	0.2900	0.1337	0.2685	0.0668	7.4685
65	-	3.9926	-	-	0.0507	0.2180	0.0925	0.2202	0.0415	7.5973
70	-	3.6329	-	-	0.0313	0.1272	0.0413	0.1375	0.0277	4.5364
75	-	3.6034	-	0.0584	0.0367	0.2347	0.0857	0.2790	0.0504	7.5537
80	-	2.9086	-	0.0489	0.0338	0.2192	0.0850	0.2562	0.0460	6.0542
85	-	2.6623	-	0.0403	0.0310	0.1702	0.0472	0.2179	0.0346	6.2135
90	-	2.4065	-	0.0547	0.0319	0.1843	0.0651	0.2245	0.0407	7.4363

表4 生晒参100~102℃蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	Rg1	Re	Rf	Rb1	Rc	F1	Rb2	Rb3	Rd	F2
0	2.5912	1.6713	0.5653	2.8344	1.6954	-	1.7182	0.1725	0.4539	-
5	2.4791	1.1059	0.4356	3.3155	1.6287	-	1.6227	0.1561	0.2734	-
10	1.5143	1.1622	0.6918	3.5720	0.9613	-	1.3510	0.0752	0.1340	-
15	0.5048	0.9915	0.5049	2.4884	0.5831	-	0.8622	-	0.1213	-
20	-	0.8088	0.2261	0.9533	-	-	0.1556	-	-	-
25	-	-	0.0916	-	-	-	-	-	-	-
30	-	-	0.0512	-	-	-	-	-	-	-
35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

表4续 生晒参100~102℃蒸制不同时间人参皂苷含量表(mg/g)

时间(小时)	PPT	Rg3	Rh2(s)	Rh2(R)	PPD	Rh1(S)	Rg2(S)	Rh1(R)	Rg2(R)	Rg5
0	-	-	-	-	-	0.0769	0.0434	-	-	-
5	-	0.2310	-	-	-	0.0431	0.0264	0.0329	-	0.9918
10	-	1.3183	-	-	-	0.0665	0.0441	0.0205	0.0231	1.6120
15	-	1.9581	-	-	-	0.1261	0.1951	0.0442	0.0217	2.8124
20	-	2.8129	-	-	-	0.2702	0.1482	0.1088	0.0325	3.4160

25	-	2.3491	-	-	-	0.3522	0.1777	0.0918	0.0452	3.9056
30	-	3.7061	-	-	0.0118	0.3186	0.1329	0.1515	0.0484	4.2487
35	-	3.9424	-	-	0.0171	0.2745	0.1104	0.1189	0.0671	4.5614
40	-	4.4186	-	-	0.0518	0.3112	0.1246	0.0808	0.0545	5.1881
45	-	4.9641	-	--	0.0222	0.2194	0.1160	0.1659	0.0784	5.7125
50	-	4.1602	-	-	0.0341	0.2568	0.1491	0.2518	0.0511	5.3342
55	-	3.8316	-	-	0.0416	0.2812	0.1663	0.2177	0.0933	5.4432
60	-	3.7296	-	-	0.0845	0.2709	0.1137	0.2587	0.0826	5.2984
65	-	3.3256	-	-	0.0706	0.2801	0.0952	0.1902	0.0556	4.3579
70	-	3.6319	-	-	0.0312	0.2712	0.0313	0.1715	0.0791	4.9564
75	-	2.9348	-	0.0445	0.0516	0.2743	0.0716	0.1960	0.0590	4.1071
80	-	2.8616	-	0.0659	0.0187	0.1912	0.0809	0.1632	0.0360	3.5142
85	-	2.9023	-	0.0593	0.0110	0.1272	0.0724	0.1779	0.0716	3.3215
90	-	2.9465	-	0.0511	0.0196	0.1434	0.0561	0.2454	0.0347	3.3631

表5 生晒参98~100℃ (饱和蒸汽) 蒸制51~59小时人参皂苷含量表 (mg/g)

时间 (小时)	Rg1	Re	Rf	Rb1	Rc	F1	Rb2	Rb3	Rd	F2
51	-	-	0.2157	-	-	-	-	-	-	-
52	-	-	0.2548	-	-	-	-	-	-	-
53	-	-	0.2699	-	-	-	-	-	-	-
54	-	-	0.2916	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	0.3072	-	-	-	-	-	-	-
56	-	-	0.2948	-	-	-	-	-	-	-
57	-	-	0.2764	-	-	-	-	-	-	-
58	-	-	0.2831	-	-	-	-	-	-	-
59	-	-	0.2745	-	-	-	-	-	-	-

表5续 生晒参98~100℃ (饱和蒸汽) 蒸制51~59小时人参皂苷含量表 (mg/g)

时间 (小时)	PPT	Rg3	Rh2 (s)	Rh2 (R)	PPD	Rh1 (S)	Rg2 (S)	Rh1 (R)	Rg2 (R)	Rg5
51	-	5.2912	-	-	0.0349	0.2856	0.1264	0.2955	0.0851	9.3449
52	-	5.3019	-	-	0.0487	0.2799	0.1349	0.2912	0.0857	8.9486
53	-	5.3684	-	-	0.0549	0.2891	0.1409	0.2876	0.0893	8.7495
54	-	5.4301	-	-	0.0791	0.2764	0.1552	0.2819	0.0965	8.6745
55	-	5.4821	-	-	0.0822	0.2881	0.1675	0.2712	0.1024	8.4057
56	-	5.2845	-	-	0.0816	0.2863	0.1741	0.2744	0.0822	8.3490
57	-	5.1131	-	-	0.0729	0.2912	0.1512	0.2742	0.0761	8.1929
58	-	5.0123	-	-	0.0863	0.2887	0.1443	0.2689	0.0710	7.8529
59	-	4.9192	-	-	0.0843	0.2890	0.1391	0.2658	0.0681	7.4855

表6 不同蒸制温度、蒸制时间生晒参总皂苷变化表 (%)

温度	0小 时	5小 时	10小 时	15小 时	20小 时	25小 时	30小 时	35小 时	40小 时	45小 时	50小 时	55小 时	60小时	65小时	70小时	75小时	80小时	85小时	90小时	
90~98 ℃	4.68	4.87	4.96	4.83	4.53	4.68	4.53	4.59	4.56	4.53	4.68	4.87	4.96	4.83	4.68	4.62	4.59	4.56	4.62	
98~100 ℃	4.59	4.68	4.87	4.96	4.83	4.56	4.53	4.68	4.87	4.96	4.83	4.56	4.53	4.96	4.83	4.68	4.53	4.59	4.70	
100~ 102℃	4.56	4.53	4.70	4.87	4.56	4.53	4.37	4.32	4.40	4.24	4.09	4.11	4.01	3.89	3.64	3.52	3.48	3.29	3.12	

实验例4

黑参皂苷含量测定

1. 对照品溶液的制备

精密称取人参皂苷Re对照品10.06mg,置10mL容量瓶中,加甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即为人参总皂苷测定的对照品溶液。

[0037] 精密称取Rg1、Re、Rf、Rb1、Rc、F1、Rb2、Rb3、Rd、F2、PPT、Rg3(S)、Rh2(R)、Rh2(S)、PPD对照品适量,制成Rg1、Re、Rf、Rb1、Rc、F1、Rb2、Rb3、Rd、F2、PPT、Rg3(S)、Rh2(R)、Rh2(S)、PPD对照品浓度分别为0.1185、0.1290、0.1090、0.1160、0.1580、0.1160、0.1070、0.1345、0.1055、0.1060、0.1065、0.1100、0.1670、0.1780、0.1010 mg/mL的混合对照品溶液。

[0038] 精密称取Rg2(R)、Rg2(S)、Rh1(R)、Rh1(S)对照品适量,制成Rg2(R)、Rg2(S)、Rh1(R)、Rh1(S)对照品浓度分别为0.1265、0.1780、0.1070、0.1180 mg/mL的混合标准品溶液。

[0039] 精密称取Rg5对照品5.05mg,置10mL容量瓶中,加甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即为Rg5对照品溶液。

[0040] 2. 供试品溶液的制备

取人参粉末2.0g,加40mL(20倍量)75%乙醇加热回流2h(提取温度约88℃),重复提取3次,合并滤液,将滤液平均分成两份,分别蒸干。一份:残渣加20mL水溶解并转移置分液漏斗中,再加20mL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5mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即为人参单体皂苷检测样品。另一份:残渣加甲醇溶解并转移至25mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,超声处理30min使其充分溶解,摇匀,即为人参总皂苷检测样品。

[0041] 3. 人参总皂苷含量测定

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。

[0042] 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。

[0043] 3.2 标准曲线的制作

精密吸取人参皂苷Re对照品20μL、30μL、40μL、50μL、60μL、70μL、80μL、90μL,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℃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。

[0044] 3.3 样品测定

精密吸取供试品溶液20μL,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℃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,由标准曲线计算出待测样品中人参总皂苷的含量。

[0045] 4. 人参单体皂苷含量测定

4.1 人参单体皂苷Rg1、Re、Rf、Rb1、Rc、F1、Rb2、Rb3、Rd、F2、PPT、Rg3(S)、Rh2(R)、Rh2(S)、PPD的含量测定

色谱条件:

柱温:40℃;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:5μL

流动相时间	乙腈	水	流动相时间	乙腈	水
-------	----	---	-------	----	---

0	19	81	200	46	54
30	19	81	210	70	30
35	24	76	230	70	30
40	24	76	231	90	10
55	28	72	255	90	10
110	29	71	258	19	81
130	33	67	270	19	81
150	44	56			

4.2 人参单体皂苷Rg2(R)、Rg2(S)、Rh1(R)、Rh1(S)的含量测定

色谱条件:

柱温:40℃;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:20uL

流动相时间	乙腈	水
0	22	78
160	22	78
162	90	10
185	90	10
188	22	78
200	22	78

4.3 人参单体皂苷Rg5的含量测定

色谱条件:

柱温:40℃;流速:1mL/min;检测波长:203nm;进样量:10uL

流动相时间	乙腈	水
0	49	51
35	49	51
36	90	10
66	90	10
68	49	51
80	49	51

4.4 计算公式

含量=S_样*C_标/S_标*5。

[0046] 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。

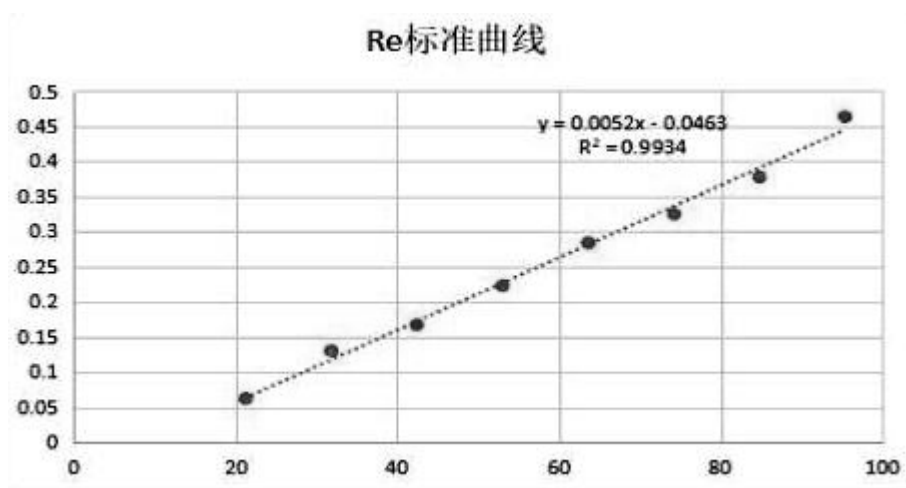


图1