



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108815220 A

(43)申请公布日 2018.11.16

(21)申请号 201811056129.9

(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 邵文俊 王影 李蕾 徐芳菲

(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10页 附图1页

(54)发明名称

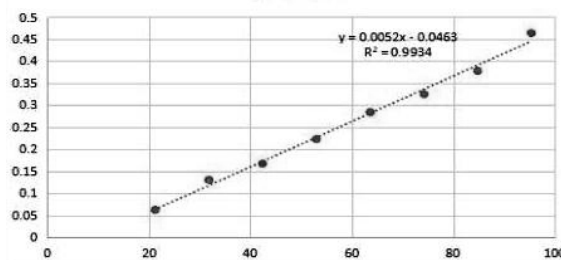
一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法

(57)摘要

本发明涉及西洋参加工领域,即一种以鲜西洋参为原料加工黑参的方法。其步骤如下:(1)鲜西洋参洗刷干净后,控干表皮水分。(2)置蒸锅中加热至98~100℃。(3)保持蒸锅温度98~100℃蒸制56~60小时。(4)切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅。(5)晾凉蒸制完毕的西洋参,置50~55℃干燥室干燥至含水≤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西洋参中的人参单体皂苷Rg3、Rg5等人参稀有皂苷的含量,使原料鲜西洋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。西洋参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。

CN 108815220 A

Re标准曲线



1. 一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法,其特征在于步骤如下:
- (1) 鲜西洋参洗刷干净后,控干表皮水分;
  - (2) 置蒸锅中加热至98~100℃;
  - (3) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制56~60小时;
  - (4) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅;
  - (5) 晾凉蒸制完毕的西洋参,置50~55℃干燥室干燥至含水 $\leq$ 12%时取出即为成品。

## 一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法

## 技术领域

[0001] 本发明涉及西洋参加工领域,即一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法。

## 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。鲜西洋参不含人参皂苷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等稀有皂苷的含量参差不齐,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 <sub>3</sub> (S+R) (mg/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的一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法。发明所解决的问题是在最短的时间内完成西洋参黑参加工,并使所加工的西洋参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鲜西洋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:一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法,其特征在于步骤如下:

(1) 鲜西洋参洗刷干净后,控干表皮水分。

[0009] (2) 置蒸锅中加热至98~100℃(饱和循环蒸汽)。

[0010] (3) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制56~60小时。

[0011] (4) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至50~60℃时打开蒸锅。

[0012] (5) 晾凉蒸制完毕的西洋参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水 $\leq$ 12%时取出即为成品。

[0013] 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,致使最终西洋参黑参产品中尚存有人参皂苷初始皂苷,试验数据见表2~6。

[0014] 2、蒸制时间56~60小时:当蒸参温度98~100℃持续到56~60小时时,西洋参黑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℃,三个温度范围的西洋参黑参蒸制结果,同时也考察了98~100℃,样品蒸制56~60小时后次生苷的有效含量,反复试验结果,确定了以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的最佳工艺为:98~100℃蒸制56~60小时,50~55℃干燥至含水 $\leq$ 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℃,可以确保西洋参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。

[0015] 本发明的优点是:1、本发明实现在最短的时间内完成西洋参黑参加工,并使所加工的西洋参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鲜西洋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56~60小时可以最大限度的提高西洋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,本发明西洋参黑参人参皂苷Rg3含量在6.7070~7.0121 mg/g。人参皂苷Rg5含量在6.4463~6.5221mg/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。

[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是人参总皂苷含量测定标准曲线。

## 具体实施方式

### [0018] 实施例1

一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法,其步骤如下:

(1) 将500克5年生鲜西洋参(统货)洗刷干净后,控干表皮水分。

[0019] (2) 置蒸锅中加热至98~100℃。

[0020] (3) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制56小时。

[0021] (4) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至52℃时打开蒸锅。

[0022] (5) 晾凉蒸制完毕的西洋参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.70%时取出,成品。

[0023] 经检测,西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是6.8835 mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.5132mg/g。

### [0024] 实施例2

一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法,其步骤如下:

(1) 将500克5年生鲜西洋参(统货)洗刷干净后,控干表皮水分。

[0025] (2) 置蒸锅中加热至98~100℃。

[0026] (3) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制58小时。

[0027] (4) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至53℃时打开蒸锅。

[0028] (5) 晾凉蒸制完毕的西洋参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.6%时取出,成品。

[0029] 经检测,西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是6.7070mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.5221 mg/g。

[0030] 实施例3

一种以鲜西洋参为原料加工西洋参黑参的方法,其步骤如下:

(1) 将500克5年生鲜西洋参(统货)洗刷干净后,控干表皮水分。

[0031] (2) 置蒸锅中加热至98~100℃。

[0032] (3) 保持蒸锅温度98~100℃蒸制60小时。

[0033] (4) 切断蒸汽来源,当蒸锅中温度降至52.5℃时打开蒸锅。

[0034] (5) 晾凉蒸制完毕的西洋参(不烫手),置50~55℃干燥室干燥至含水11.3%时取出,成品。

[0035] 经检测,西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是7.0121 mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.4463 mg/g。

[0036] 实验例1

采用液相色谱法(HPLC)检测样品单体皂苷含量(分析方法见附件1)

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11.7%时制得的西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是6.8835 mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.5132mg/g。

[0037] 在98~100℃蒸制时间58小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.6%时制得的西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是6.7070mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.5221 mg/g。

[0038] 按本申请方法,在98~100℃蒸制时间60小时,50~55℃干燥室干燥至含水11.3%时制得的西洋参黑参人参皂苷Rg3含量是7.0121 mg/g。人参皂苷Rg5含量是6.4463 mg/g。

[0039] 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)

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%时制得的西洋参黑参人参总皂苷含量是5.29%。

[0040] 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%时制得的西洋参黑参人参总皂苷含量是5.51%。

[0041] 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%时制得的西洋参黑参人参总皂苷含量是3.77%。

[0042] 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。

[0043] 实验例3

不同温度及不同蒸制时间,鲜西洋参中人参单体皂苷及总皂苷的变化数值见表2~6

表2 鲜西洋参90~98℃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	1.3516	3.2902	-	3.4946	1.8775	-	0.7145	0.0631	0.7635	0.1266
5	1.3313	2.8321	-	3.2356	1.7335	-	0.6212	0.1870	0.5906	0.1335
10	0.9158	2.5236	-	2.9787	0.9115	-	0.4316	0.3301	0.5433	0.1611
15	0.7822	2.1746	-	1.9168	0.8046	-	0.0948	0.1516	0.3839	0.2523
20	0.8022	1.7984	-	1.4653	0.6086	-	0.0846	0.0931	0.0918	0.1449
25	0.8191	0.8615	-	1.3271	0.4672	-	0.0691	0.0587	-	0.1326
30	0.6244	0.1622	-	1.6380	0.0921	-	0.0384	0.0744	-	0.0907
35	0.5216	-	-	1.6165	-	-	0.0151	0.0624	-	0.0716
40	0.3245	-	-	0.9185	-	-	-	0.0326	-	0.0981
45	0.0913	-	-	0.8492	-	-	-	0.0494	-	0.0524
50	0.0815	-	-	0.7654	-	-	-	0.0631	-	0.0419
55	-	-	-	0.1921	-	-	-	0.0977	-	0.0173
60	-	-	-	-	-	-	-	0.1544	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

表2续 鲜西洋参90~98℃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	-	-	-	-	-	-	-	-	0.0419	-
10	-	0.1253	-	-	-	0.1540	-	0.1214	0.0981	0.1699
15	-	0.4371	-	-	-	0.2310	-	0.1624	0.0866	0.3482
20	-	0.6601	-	-	-	0.2211	0.0869	0.1544	0.0580	0.9489
25	-	1.0369	-	0.0915	-	0.2385	0.0911	0.0911	0.0546	1.1512
30	-	1.3541	-	0.1522	0.0288	0.1185	0.1503	0.1649	0.0815	1.8652
35	-	1.8332	-	0.1546	0.0263	0.2676	0.0923	0.1815	0.0478	2.4152
40	-	2.0711	-	0.1584	0.0319	0.2812	0.0545	0.1189	0.0994	3.1562
45	-	2.8164	-	0.1852	0.0245	0.2158	0.0516	0.1503	0.0761	4.1921
50	-	3.0270	-	0.1231	0.0349	0.2034	0.0915	0.0915	0.0822	4.8213
55	-	3.1005	-	0.1429	0.0264	0.2303	0.1624	0.0762	0.0633	5.1874
60	-	2.9991	-	0.1474	0.0269	0.1577	0.1673	0.2667	0.0748	5.0113
65	-	2.9609	-	0.1284	0.0384	0.2646	0.1649	0.0901	0.0641	4.7564
70	-	3.1262	-	0.1268	0.0294	0.1849	0.0467	0.0915	0.0620	5.0241
75	-	3.2839	-	0.1155	0.0161	0.0918	0.0164	0.0849	0.0613	4.8123
80	-	3.3054	-	0.0915	0.0114	0.1811	0.0366	0.0907	0.0485	4.5643
85	-	3.3625	-	0.0875	0.0147	0.1189	0.0742	0.0655	0.0586	4.6842
90	-	3.4837	-	0.0956	0.0141	0.1155	0.0946	0.0673	0.0431	4.5641

表3 鲜西洋参98~100℃(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	1.5446	4.3215	-	3.9456	1.7765	-	0.5455	0.2310	1.1765	0.0626

5	1.4601	4.6548	-	3.3566	1.1335	-	0.2212	0.2761	1.1503	0.1455
10	1.4371	3.5226	-	2.7897	0.9156	-	0.0948	0.1684	0.0934	0.1516
15	0.8222	3.7466	-	2.9686	0.8426	-	0.0452	0.1166	0.0885	0.1523
20	0.7832	2.9864	-	2.6453	0.6836	-	-	0.0912	-	0.1454
25	0.0913	1.6615	-	2.2714	0.4712	-	-	0.0867	-	0.1183
30	-	0.9626	-	1.9860	0.0902	-	-	0.0743	-	0.1190
35	-	-	-	1.1655	-	-	-	-	-	-
40	-	-	-	0.9458	-	-	-	-	-	-
45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

表3续 鲜西洋参98~100℃(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	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	-	0.7416	-	-	-	-	-	-	-	1.1218
10	-	0.8464	-	-	-	-	-	0.2161	0.0658	1.4746
15	-	1.7331	-	-	-	0.1690	-	0.2979	0.0839	2.7811
20	-	2.9616	-	-	-	0.2126	0.1088	0.3225	0.0721	2.8088
25	-	3.8369	-	-	0.0144	0.1462	0.1363	0.1613	0.0807	3.1658
30	-	4.6541	-	-	0.0243	0.1285	0.1391	0.1812	0.0734	3.9678
35	-	5.0122	-	0.2619	0.0295	0.1233	0.1542	0.1709	0.0819	4.8625
40	-	5.5711	-	0.1603	0.1182	0.1459	0.1459	0.2698	0.0935	4.8411
45	-	6.1614	-	0.1582	0.1614	0.1424	0.2654	0.1932	0.0911	5.1522
50	-	6.5210	-	0.4529	0.1154	0.1155	0.1293	0.2461	0.0302	5.7414
55	-	6.9385	-	0.2812	0.1239	0.3166	0.2344	0.1916	0.0336	6.4584
60	-	6.9991	-	0.2216	0.1270	0.1348	0.3294	0.2477	0.0367	6.3463
65	-	6.8909	-	0.2305	0.1222	0.2843	0.2161	0.1790	0.0226	5.9484
70	-	5.8222	-	0.2103	0.1312	0.3475	0.1144	0.2616	0.0384	5.8727
75	-	5.4983	-	0.3236	0.1216	0.2610	0.1447	0.1146	0.0341	5.8452
80	-	5.7724	-	0.3218	0.1285	0.2341	0.1491	0.1177	0.0349	4.9678
85	-	5.4246	-	0.3214	0.1291	0.2284	0.1826	0.1483	0.0384	4.5186
90	-	4.5837	-	0.2494	0.1368	0.1238	0.2954	0.1252	0.0219	4.1122

表4 鲜西洋参100~102℃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	1.5364	3.2002	-	3.4546	1.7975	-	-	0.0931	1.0755	0.1126
5	1.4655	2.3251	-	3.2565	0.9325	-	-	0.1720	0.9018	0.1035
10	0.8620	2.2365	-	2.7874	-	-	-	0.2315	-	0.0861



15	0.7028	1.6144	-	1.1638	-	-	-	0.1169	-	0.0552
20	0.3345	0.9482	-	0.7645	-	-	-	0.0431	-	0.0444
25	-	0.4269	-	0.5945	-	-	-	-	-	0.0183
30	-	-	-	0.3211	-	-	-	-	-	-
35	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
85	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

表4续 鲜西洋参100~102℃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	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	-	0.9426	-	-	-	-	-	-	-	1.1802
10	-	1.1844	-	-	-	0.1790	-	-	0.1384	2.1612
15	-	2.1222	-	-	-	0.1146	-	0.0182	0.1341	3.4455
20	-	3.2601	-	-	-	0.1177	0.0161	0.0164	0.1349	3.5198
25	-	3.9991	-	-	-	0.1252	0.0141	0.0154	0.1219	3.8671
30	-	4.8746	-	-	0.0149	0.1483	0.0495	0.0233	0.2294	4.4211
35	-	5.1668	-	-	0.0148	0.1613	0.0114	0.0215	0.1658	4.6584
40	-	5.5071	-	0.1603	0.0284	0.1709	0.0147	0.0394	0.1839	4.3061
45	-	5.6541	-	0.2216	0.0144	0.1812	0.0319	0.0645	0.1721	5.5274
50	-	4.9820	-	0.2619	0.0155	0.2161	0.0245	0.0825	0.1935	5.2936
55	-	4.6805	-	0.1582	0.0185	0.1916	0.0688	0.0911	0.1911	5.5345
60	-	4.2132	-	0.3475	0.1462	0.2477	0.0549	0.0706	0.2367	5.0789
65	-	3.8909	-	0.2103	0.1843	0.2698	0.0384	0.1122	0.2226	4.7126
70	-	3.8369	-	0.3236	0.0209	0.2616	0.0663	0.2126	0.3302	4.2714
75	-	3.4938	-	0.4529	0.0195	0.2979	0.0564	0.3690	0.2336	4.5869
80	-	3.2774	-	0.3218	0.0155	0.3225	0.0269	0.3166	0.1819	4.8011
85	-	3.4731	-	0.2812	0.0149	0.2461	0.0918	0.1192	0.0934	3.6343
90	-	3.5037	-	0.2305	0.0128	0.1932	0.0294	0.1368	0.0807	3.5775

表5 鲜西洋参98~100℃(饱和蒸汽)蒸制56~64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
56	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
57	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
58	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
59	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

61	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
62	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6.4584
63	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6.3463
64	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5.9484

表5续 鲜西洋参98~100℃(饱和蒸汽)蒸制56~64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
56	-	6.8835	-	0.2820	0.1262	0.3016	0.2214	0.1966	0.0363	6.5132
57	-	6.8680	-	0.2788	0.1241	0.2798	0.2417	0.2147	0.0347	6.4849
58	-	6.7070	-	0.2346	0.1260	0.2659	0.2749	0.2041	0.0374	6.5221
59	-	6.7951	-	0.2455	0.1254	0.2146	0.2946	0.2374	0.0315	6.6001
60	-	7.0121	-	0.2201	0.1245	0.1366	0.3281	0.2464	0.0342	6.4463
61	-	6.9453	-	0.2424	0.1238	0.1743	0.2745	0.2741	0.0371	6.1232
62	-	6.9742	-	0.2360	0.1246	0.1494	0.2653	0.1749	0.0391	6.0724
63	-	6.8906	-	0.2344	0.1222	0.2414	0.2149	0.1967	0.2471	6.1101
64	-	6.9191	-	0.2365	0.1203	0.2433	0.2311	0.1902	0.0262	6.0241

表6 不同蒸制温度、蒸制时间鲜西洋参总皂苷变化表(%)

温度	0	5	1	1	2	2	3	3	4	4	5	5	6	6	7	7	8	8	9
	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时	小时
90~98℃	8	8	8	8	8	8	8	9	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
	8	8	8	9	8	7	8	0	5	7	8	8	7	8	8	8	9	8	7
98~100℃	1	1	8	3	3	3	6	1	6	9	0	3	3	6	1	8	3	3	9
	8	8	8	8	8	8	8	8	8	9	8	8	8	8	8	8	9	8	8
	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
100~102	9	8	7	7	8	9	8	7	8	0	5	7	8	8	7	8	0	5	7
	3	3	3	9	0	3	3	3	6	1	6	9	0	3	3	6	1	6	9
	8	9	8	8	8	8	8	7	7	7	7	7	7	7	7	6	6	6	6
°C	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
	8	7	5	8	3	1	0	9	8	6	5	3	2	1	0	8	7	6	5

°C	6	9	6	3	2	8	1	9	2	2	1	9	6	1	1	9	4	2	8
----	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

附件1

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。

[0044] 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。

[0045] 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。

[0046] 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。

[0047] 一、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。

[0048] 二、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。

[0049] 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。

[0050] 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。

[0051] 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人参总皂苷的含量。

[0052] 三、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= $S_{\text{样}} \times C_{\text{标}} / S_{\text{标}} \times 5$ 。

[0053] 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。

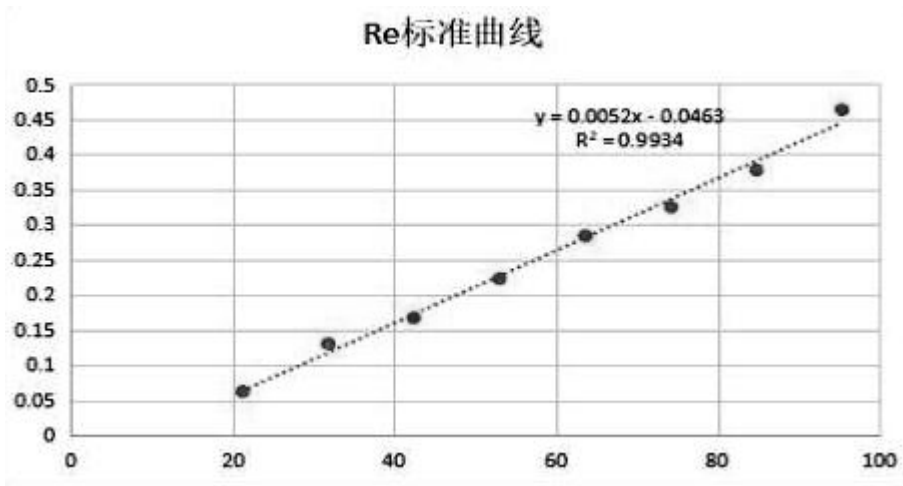


图1