

基于趁鲜切制与传统切制工艺的人参饮片质量评价分析

徐梦丹¹, 张雪晶¹, 刘小康¹, 贡济宇¹, 于 澎¹, 谢晓燕^{2*}, 蔡广知^{1*}

1. 长春中医药大学药学院, 吉林 长春 130117

2. 长春中医药大学附属第三临床医院, 吉林 长春 130118

摘要: 目的 优选人参 *Panax ginseng* 趁鲜切制饮片工艺, 比较分析趁鲜切制与传统切制人参饮片的质量, 为人参趁鲜切制的合理性提供数据支持。方法 考察切片厚度、烘干温度、烘干时间等因素优选人参趁鲜切制饮片最佳制备工艺; 建立指纹图谱结合化学计量法评价 2 种炮制工艺人参饮片质量差异性; 并定量分析 2 种人参饮片中指标性成分人参皂苷含量差异。结果 人参趁鲜切制饮片的最佳制备工艺为人参鲜药材含水量 65%, 烘干温度 50 °C、烘干时间 8 h、切片厚度 1.5 mm; 指纹图谱分别确定了人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片 22 个共有峰, 指认了其中 7 个共有峰, 2 种炮制工艺所得人参饮片指纹图谱相似度分别在 0.983~0.992、0.948~0.996。趁鲜切制与传统切制工艺饮片之间的指纹图谱相似度为 0.960~0.993, 相似度良好; 主成分分析 (principal component analysis, PCA) 将人参趁鲜切制饮片和传统切制饮片归为 2 类, 正交偏最小二乘法-判别分析 (orthogonal partial least squares-discriminant analysis, OPLS-DA) 确定 2 种炮制工艺项下饮片的 7 个差异色谱峰, 趁鲜切制及传统工艺人参饮片总皂苷含量无显著差别。结论 趁鲜切制加工工艺在人参饮片生产上具有可行性。

关键词: 人参; 趁鲜切制; 炮制工艺; 化学计量法; 质量评价; 指纹图谱; 主成分分析; 正交偏最小二乘法-判别分析; 人参皂苷 Rg₁; 人参皂苷 Rb₁; 人参皂苷 Rd; 人参皂苷 Re; 人参皂苷 Rc; 人参皂苷 Rb₂; 人参皂苷 Rb₃

中图分类号: R283.6 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2023)08-2437-09

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2023.08.010

Quality evaluation of *Panax ginseng* decoction slices based on fresh cutting and traditional processing technology

XU Meng-dan¹, ZHANG Xue-jing¹, LIU Xiao-kang¹, GONG Ji-yu¹, YU Peng¹, XIE Xiao-yan², CAI Guang-zhi¹

1. College of Pharmacy, Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130117, China

2. The Third Affiliated Clinical Hospital of Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130118, China

Abstract: Objective To optimize the fresh cutting processing technology of Renshen (*Panax ginseng*), compare and analyze the quality of *P. ginseng* slices between fresh cutting and traditional processing technology, and provide data support for the rationality of fresh cutting *P. ginseng*. **Methods** Slice thickness, drying temperature, drying time and other factors were investigated to optimize the preparation technology of fresh *P. ginseng* slices. The quality difference between fresh cutting and traditional processing slices of *P. ginseng* were analyzed by chemometric methods combination with the fingerprint. **Results** The best preparation technology of fresh *P. ginseng* was water content of 65%, drying temperature of 50 °C, drying time of 8 h, slice thickness of 1.5 mm. Twenty-two common peaks of *P. ginseng* slices prepared by fresh cutting and traditional cutting technology were identified by fingerprint, and seven of them were identified. The similarity range of *P. ginseng* slices fingerprint obtained by the two processing technologies was 0.983—0.992 and 0.948—0.996, respectively. The similarity of fingerprint between fresh cut and traditional cut was 0.960—0.993, and the similarity was good. Principal component analysis (PCA) classified fresh cut *P. ginseng* slices and traditional cut *P. ginseng* slices into two groups. Seven different chromatographic peaks of the two processing technologies were determined by orthogonal partial least squares-discriminant analysis (OPLS-DA). The total saponins of fresh cut *P. ginseng* slices and traditional cut *P. ginseng*

收稿日期: 2022-11-04

基金项目: 吉林省科技发展计划项目 (20200404035YY); 吉林省科技发展计划项目 (20220204077YY); 吉林省特色药材炮制规范项目 (PZ-2016-07)

作者简介: 徐梦丹 (1998—), 女, 硕士研究生, 研究方向为中药分析与检验方法。E-mail: 1343318234@qq.com

*通信作者: 谢晓燕, 主任药师, 硕士生导师, 主要从事中药分析与检验方法研究。E-mail: 112905707@qq.com

蔡广知, 副教授, 主要从事中药品质鉴定、质量标准及开发利用研究。E-mail: caigz@ccucm.edu.cn

slices were not different. **Conclusion** The processing technology of fresh cutting is feasible in the production of *P. ginseng* decoction slices.

Key words: *Panax ginseng* C. A. Mey.; fresh cutting; processing technology; chemometrics; quality evaluation; fingerprint; principal component analysis; orthogonal partial least squares-discriminant analysis; ginsenoside Rg₁; ginsenoside Rb₁; ginsenoside Rd; ginsenoside Re; ginsenoside Rc; ginsenoside Rb₂; ginsenoside Rb₃

人参为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根和根茎, 具有大补元气、补脾益肺、安神益智之功效, 为常用补益中药^[1]。现代研究证明, 人参具有调节神经系统、改善心脑血管疾病、调节免疫、抗肿瘤及降血糖等作用^[2-6]。研究发现, 人参主要含有皂苷、多糖、挥发油、有机酸及微量元素等化学成分^[7-10], 其主要药效成分是皂苷类化合物^[11]。人参是我国大宗药材之一, 将人参切制成饮片, 是目前临床用药的主要形式。人参饮片的传统生产模式为“鲜人参采收-净制-干燥-闷润-切制-干燥”。在切片前一般需要进行润洗、软化, 再切片、干燥等过程^[12], 该传统程序不仅耗时耗力, 且在浸润软化过程中可能会使人参有效成分流失, 进而影响人参饮片的品质。目前, 有关人参产地趁鲜加工的研究较少。本研究对人参趁鲜切制的最佳切制厚度、切制后的干燥方式进行考察, 通过单因素试验确定人参趁鲜切制饮片的制备工艺参数。建立趁鲜切制与传统切制工艺人参饮片的 HPLC 指纹图谱, 结合化学计量法评价 2 种工艺饮片的质量差异性。并定量分析 2 种人参饮片中指标性成分人参皂苷含量差异, 说明趁鲜切制与传统切制人参饮片在皂苷化学组成及含量上的一致性, 以期为人参趁鲜切制的合理性提供数据支持。

1 仪器与材料

1.1 仪器

LC-2030 型高效液相色谱仪, 紫外检测器, 日本岛津公司; KQ3200DB 型超声清洗机, 昆山市超声仪器有限公司; AL204 型万分之一电子天平, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司; AB135-S 型十万分之一电子天平, 瑞士梅特勒-托利多公司; XFB-500 型粉碎机, 浙江红景天工贸有限公司; JY-30M 型鼓风干燥箱, 上海亚荣生化仪器厂; SIGMR 型高速离心机, 湘潭市三银离心机公司。

1.2 材料

对照品人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Rd、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rc 及人参皂苷 Rb₂ (Rg₁、Rb₁、Rd、Re、Rc、Rb₂, 批号分别为 C27N11Q132589、G01O11Y126429、Z09A9X67397、

J25GB152733、J03GB153700 及 M21D11D135160, 质量分数均≥98%), 人参皂苷 Rb₃ (Rb₃, 批号 P12S11F124383, 质量分数≥97%), 上海源叶生物科技有限公司; 甲醇、乙腈, 色谱级, 赛默飞世尔科技有限公司; 屈臣氏蒸馏水, 广州屈臣氏食品饮料有限公司。

10 批新鲜人参(含水量约为 65%)药材均采集于吉林省, 其中通化市 5 批(批号 20210912、20210917、20210930、20210907、20211005, 编号 Y1~Y5)、集安市 3 批(批号 20211010、20211015、20211018, 编号 Y6~Y8)、抚松县 1 批(批号 20211023, 编号 Y9)及敦化市 1 批(批号 20211028, 编号 Y10), 经长春中医药大学药学院中药鉴定教研室蔡广知副教授鉴定, 均为来源于五加科人参属植物人参 *P. ginseng* C. A. Mey. 的新鲜根和根茎。低温(2℃)保存。

2 方法与结果

2.1 传统切制工艺人参饮片的制备及质量分析

鲜人参药材(Y1~Y10)按照《中国药典》2020 年版所载方法进行炮制^[13], 得到传统切制饮片(编号 S1~S10)。对 10 批传统切制的人参饮片进行水分、总灰分、重金属及有害元素及皂苷含量等项目的检查, 结果均符合《中国药典》2020 年版一部人参标准项下相关要求。结果见表 1。

2.2 趁鲜切制人参饮片的制备及质量分析

2.2.1 单因素考察趁鲜切制人参饮片的制备工艺 人参中皂苷类化合物是其主要化学成分, 也是其发挥药理药效最重要的成分。历版《中国药典》评价人参药材多以人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁ 为质量检测指标, 故本实验选择这 3 者的含量作为评价人参饮片的质控指标。参照《中国药典》2020 年版一部人参项下含量测定方法^[13], 对 Rg₁、Re、Rb₁ 的含量进行测定。

单因素考察时所有鲜人参均为 Y3 批次, 固定因素的水平为烘干温度 50℃, 烘干时间 8 h, 切片厚度 1.5 mm。在进行单因素考察时, 保持其他固定因素的水平不变, 分别考察烘干温度(30、40、50、55、60℃)、烘干时间(5、6、7、8、9、10 h)、

表 1 传统切制 (S1~S10) 与趁鲜切制 (X1~X10) 人参饮片指标成分的含量

Table 1 Contents of index components in *P. ginseng* decoction slices based on traditional processing technology (S1—S10) and fresh cutting (X1—X10)

样品	水分/%	总灰分/%	重金属及有害元素/(mg·kg ⁻¹)					质量分数/%	
			Pb	Cd	Hg	As	Cu	Rg ₁ +Re	Rb ₁
S1	7.80	3.41	0.22	<0.01	<0.01	0.19	6.15	0.37	0.23
S2	7.46	3.29	0.16	0.02	<0.01	0.17	4.51	0.36	0.24
S3	8.80	3.25	0.20	0.01	<0.01	0.18	5.27	0.36	0.24
S4	6.19	3.90	0.17	0.02	<0.01	0.20	5.93	0.42	0.26
S5	5.71	3.07	0.28	0.21	<0.01	0.11	4.90	0.42	0.26
S6	6.42	3.30	0.23	0.26	<0.01	0.08	4.41	0.39	0.30
S7	7.94	3.23	0.23	0.25	<0.01	0.11	4.33	0.43	0.29
S8	8.58	3.53	0.21	0.01	<0.01	0.15	5.57	0.46	0.33
S9	7.94	3.26	0.20	<0.01	<0.01	0.16	6.15	0.46	0.35
S10	7.84	4.32	0.17	0.02	<0.01	0.14	5.19	0.46	0.36
X1	4.71	4.23	0.21	0.01	<0.01	0.18	5.55	0.42	0.23
X2	5.19	3.37	0.19	0.02	<0.01	0.20	5.22	0.37	0.19
X3	4.12	3.37	0.26	0.21	<0.01	0.11	4.32	0.40	0.22
X4	3.31	3.69	0.26	0.26	<0.01	0.06	4.41	0.38	0.20
X5	3.20	3.15	0.23	0.25	<0.01	0.11	4.33	0.42	0.24
X6	4.97	3.83	0.21	0.01	<0.01	0.13	6.12	0.42	0.25
X7	5.45	3.29	0.19	0.01	<0.01	0.12	5.55	0.41	0.21
X8	5.77	3.14	0.24	0.02	<0.01	0.19	5.22	0.42	0.22
X9	7.13	3.82	0.20	0.02	<0.01	0.14	6.41	0.47	0.27
X10	5.41	3.58	0.18	0.01	<0.01	0.15	5.09	0.51	0.32

切片厚度 (1.0、1.5、2.0 mm) 对人参皂苷类成分 (Rg₁、Re、Rb₁) 含量的影响。结果见表 2~4。

如表 2 所示, 随着烘干温度的增加, Rg₁ 和 Re 含量之和随时间变化先上升, 在 50 °C 达到峰值后下降; Rb₁ 含量呈现先下降后上升再下降的趋势, 在 50 °C 时 Rb₁ 含量达到峰值后下降, 55 °C 含量波动不明显, 趋于稳定。综合考虑, 选择烘干温度 50 °C 进行后续考察。

表 2 烘干温度对趁鲜切制人参饮片中人参皂苷类成分含量影响

Table 2 Results of drying temperature on content of ginsenosides in *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting

烘干 温度/°C	质量分数/%		烘干 温度/°C	质量分数/%	
	Rg ₁ +Re	Rb ₁		Rg ₁ +Re	Rb ₁
30	0.34	0.24	55	0.41	0.23
40	0.41	0.22	60	0.42	0.23
50	0.42	0.25			

表 3 烘干时间对趁鲜切制人参饮片中人参皂苷类成分含量影响

Table 3 Results of drying time on content of ginsenosides in *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting

烘干 时间/h	质量分数/%		烘干 时间/h	质量分数/%	
	Rg ₁ +Re	Rb ₁		Rg ₁ +Re	Rb ₁
6	0.40	0.19	9	0.40	0.20
7	0.41	0.19	10	0.41	0.16
8	0.41	0.20			

如表 3 所示, 随着烘干时间的增加, Rg₁ 和 Re 含量之和随时间变化略有上升, 在 8 h 达到峰值后下降, 但其含量波动不明显, 有文献报道, 随着烘干时间的增加, 可能 Rg₁ 和 Re 含量显著降低^[14]; Rb₁ 含量呈现先上升后下降的趋势, 在 8 h 时 Rb₁ 含量达到峰值, 10 h 时 Rb₁ 含量不符合《中国药典》2020 年版规定。综合考虑, 选择 8 h 进行后续考察。

如表 4 所示, 随着切片厚度的增加, Rg₁ 和 Re 含量之和及 Rb₁ 含量均呈现下降的趋势, 1.0 mm 时

表 4 切片厚度对趁鲜切制人参饮片中人参皂苷类成分含量影响

Table 4 Results of section thickness on content of ginsenosides in *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting

切片厚度/mm	质量分数/%	
	Rg ₁ + Re	Rb ₁
1.0	0.45	0.25
1.5	0.41	0.24
2.0	0.40	0.23

含量均最高,在《中国药典》2020 年版中,人参饮片厚度为切薄片,即 1~2 mm,当饮片厚度为 1.0 mm 时产生碎片比例较大,得片率较低,且烘干后饮片厚度不符合《中国药典》2020 年版规定;饮片厚度为 1.5、2.0 mm 时,片型较好,得片率较高;综合考虑,选择 1.5 mm 进行后续考察。

为了验证试验结果的准确性及可靠性,按上述最佳工艺参数条件进行提取,平行 3 份,测定 Rg₁、Re、Rb₁ 的含量,结果见表 5。可知,3 批验证试验 RSD 小于 3%,说明工艺合理、稳定可行、重复性良好。

表 5 验证试验结果

Table 5 Results of verification test

样品	质量分数/%	
	Rg ₁ + Re	Rb ₁
1	0.42	0.23
2	0.41	0.24
3	0.41	0.23
RSD/%	1.40	2.47

2.2.2 10 批趁鲜切制人参饮片的制备 确定人参趁鲜切制饮片工艺为取人参鲜品(含水量约为 65%)洗净,晾干表面水分,切制饮片厚度为 1.5 mm,置于 50 °C 鼓风干燥箱中烘制 8 h。按照上述工艺制备得到 10 批趁鲜切制人参饮片(编号为 X1~X10),检查项目包括水分、总灰分、重金属及有害元素及皂苷含量等均符合《中国药典》2020 年版一部人参标准项下相关要求,结果见表 1。

2.3 基于 HPLC 指纹图谱的趁鲜切制与传统切制工艺人参饮片差异分析

2.3.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent EC-C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm, 2.7 μm);流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液,梯度洗脱:0~23 min, 18%~21%乙腈;23~

35 min, 21%~28%乙腈;35~80 min, 28%~32%乙腈;体积流量 1.0 mL/min;柱温 40 °C;检测波长 203 nm;进样量 10 μL^[15-16]。

2.3.2 对照品溶液的制备 精密称取 Rg₁、Re、Rb₁、Rc、Rb₃、Rd、Rb₂ 适量,加甲醇制成含 Rg₁、Re、Rb₁、Rc、Rb₃、Rd、Rb₂ 质量浓度分别为 0.18、0.09、0.14、0.03、0.04、0.03、0.11 mg/mL 的混合对照品储备液,备用。

2.3.3 供试品溶液的制备 精密称定人参饮片粉末(过四号筛)1 g,加入 20 mL 70%甲醇,称定质量,超声(200 W、40 Hz)提取 30 min,放冷,补足损失的质量,0.22 μm 滤膜滤过,即得。

2.3.4 指纹图谱的建立

(1)精密度考察:取 S9 样品,按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.3.1”项下色谱条件连续进样 6 次,以 Rb₁ 为参照峰(峰 14)。分别计算各共有峰与参照峰的相对峰面积的 RSD 均小于 2.84%,相对保留时间的 RSD 均小于 0.46%,表明仪器精密良好。

(2)重复性考察:取 S9 样品,按“2.3.3”项下方法平行制备 6 份供试品溶液,按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,分别计算各共有峰与参照峰的相对峰面积的 RSD 均小于 2.80%,相对保留时间的 RSD 均小于 0.19%,表明该方法的重复性良好。

(3)稳定性考察:取 S9 样品溶液,分别于供试品溶液制备后 0、4、6、8、12、24 h。按“2.3.1”项下色谱条件测定,分别计算各共有峰与参照峰的相对峰面积的 RSD 均小于 2.99%,相对保留时间的 RSD 均小于 0.25%,表明供试品溶液在室温下 24 h 内稳定性良好。

2.3.5 指纹图谱比较分析 参照色谱条件对各批次样本进行分析,分别记录各批次趁鲜切制和传统切制工艺人参饮片的色谱图信息,采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004 版)”进行评价,趁鲜切制编号为 X1~X10,传统切制工艺编号为 S1~S10;以 X1 号样品色谱图为参照图谱,采用平均数法,进行多点校正和色谱峰匹配,经全谱峰匹配,分别生成叠加图谱及对照图谱(R),分别建立了 2 种炮制工艺人参饮片指纹图谱,分别确认了 22 个共有峰,再以传统切制工艺人参饮片 S1 为参照图谱,建立 2 种炮制方法下人参饮片指纹图谱合图,共确认 22 个共有峰,与 2 种炮制方法项下人参饮片分别建立的指纹图谱共有峰一致,结果见图 1。说明

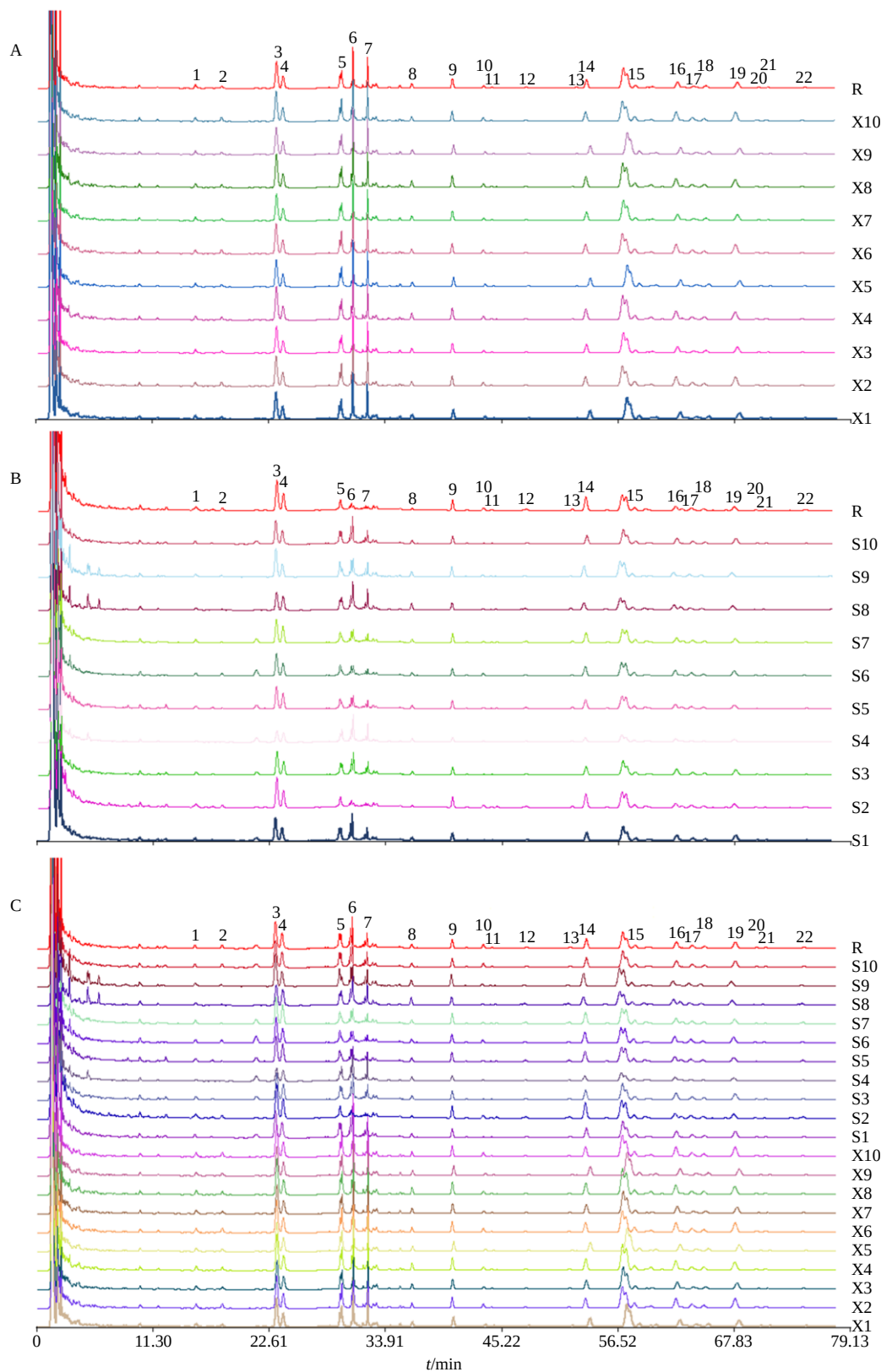


图 1 人参趁鲜切片 (A)、传统切制工艺饮片 (B)、趁鲜切片与传统切制工艺人参饮片 (C) 样品的 HPLC 叠加图谱及其对照指纹图谱 (R)

Fig. 1 HPLC superposition chromatogram of *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting (A), *P. ginseng* decoction slices based on traditional processing technology (B), and *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting and traditional processing technology (C) and its reference fingerprints (R)

趁鲜切制与传统切制工艺炮制的人参饮片在化学组成上无差异。通过与对照品比对(图 2), 指认其中 7 个共有峰, 峰 3 (R_{g1})、4 (R_e)、14 (R_{b1})、15 (R_c)、16 (R_{b2})、18 (R_{b3})、22 (R_d)。

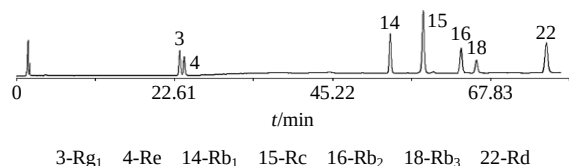


图 2 混合对照品溶液的 HPLC 色谱图

Fig. 2 HPLC chromatogram of mixed reference solution

2.3.6 相似度评价分析 10 批人参趁鲜切制饮片 ($X_1 \sim X_{10}$) 相似度计算结果为 0.992、0.992、0.991、0.988、0.989、0.988、0.985、0.990、0.987、0.983; 10 批传统切制工艺饮片 ($S_1 \sim S_{10}$) 相似度计算结果为 0.989、0.948、0.996、0.992、0.993、0.992、0.992、0.950、0.992、0.991; 人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片对照指纹图谱相似度计算结果为 0.978、0.979、0.977、0.978、0.990、0.988、0.976、0.976、0.993、0.988、0.979、0.960、0.961、0.986、0.989、0.982、0.983、0.982、0.990、0.990; 结果均大于 0.94, 表明人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片整体相似性均较好。

2.3.7 主成分分析 (principal component analysis, PCA) 为了评价趁鲜切制与传统切制工艺人参饮片差异性, 本研究借助 SIMCA 14.0 软件, 采用 PCA 进行分析。分别以各批次指纹图谱 22 个共有峰峰面积为原始数据, 主成分得分图见图 3, 人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片被清晰的分为 2 组, 表明趁鲜切制和传统切制工艺人参饮片各化学成分含量具有一定差异。

2.3.8 正交偏最小二乘法-判别分析 (orthogonal partial least square method-discriminant analysis,

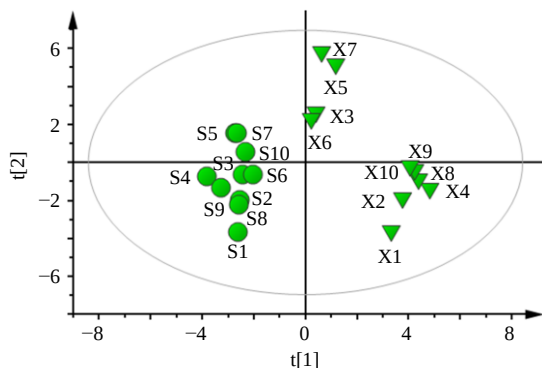


图 3 PCA 得分图

Fig. 3 PCA score plot

OPLS-DA) 为进一步找出人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片的差异, 在 PCA 聚类结果基础上, 建立 OPLS-DA 模型, 样本得分矩阵见图 4-A。模型对自变量拟合指数 $R^2_X=0.800$, 对因变量拟合指数 $R^2_Y=0.910$, 模型预测指数 $Q^2=0.841$, 说明该模型有较好的解释能力和预测能力, 可用于区分人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片。

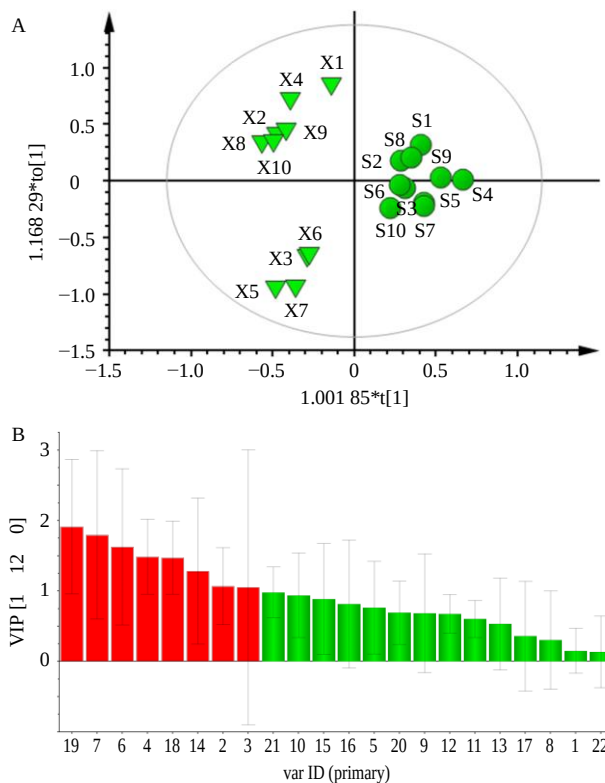


图 4 OPLS-DA 得分图 (A) 和 VIP 值 (B)

Fig. 4 OPLS-DA score plot (A) and VIP (B)

图 4-B 为 OPLS-DA 模型的变量重要性投影值 (variable importance in projection, VIP), VIP 值的大小代表了各指标成分对模型贡献率的大小, 值越大贡献越大, 表明该色谱峰对于人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片的区分贡献越大, 是导致人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片区分的差异成分。以 $VIP>1$ 为界限进行筛选, 结合人参趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片指纹图谱中的 22 个共有峰峰面积 t 检验分析, 结果共确定 8 个差异性色谱峰, 分别为峰 2、3 (R_{g1})、4 (R_e)、6、7、14 (R_{b1})、18 (R_{b3})、19。

2.4 人参皂苷含量分析

2.4.1 线性关系考察 精密移取“2.3.2”项下各对照品溶液适量, 稀释成一系列不同质量浓度的对照品溶液, 按照“2.3.1”项下色谱条件进行测定, 以

对照品质量浓度为横坐标 (X), 对照品峰面积为纵坐标 (Y) 绘制标准曲线, 进行线性回归, 得到 6 种成分的回归方程, 结果分别为人参皂苷 Rg_1 $Y=3\,387\,311.81 X-11\,603.05$, $R^2=0.999\,1$, 线性范围 $18\sim 180\,\mu\text{g/mL}$; 人参皂苷 Re $Y=2\,882\,312.81 X-5\,538.95$, $R^2=0.999\,2$, 线性范围 $9\sim 100\,\mu\text{g/mL}$; 人参皂苷 Rb_1 $Y=2\,461\,511.23 X-4\,524.58$, $R^2=0.999\,5$, 线性范围 $14\sim 200\,\mu\text{g/mL}$; 人参皂苷 Rc $Y=2\,751\,589.22 X+1\,012.12$, $R^2=0.999\,5$, 线性范围 $9\sim 500\,\mu\text{g/mL}$; 人参皂苷 Rb_3 $Y=2\,202\,376.01 X-491.4$, $R^2=0.999\,4$, 线性范围 $1.98\sim 39.60\,\mu\text{g/mL}$ 及人参皂苷 Rd $Y=2\,811\,387.22 X-2\,483.41$, $R^2=0.999\,2$, 线性范围 $3\sim 30\,\mu\text{g/mL}$ 。

2.4.2 精密度考察 取样品 (S_9), 按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件连续进样 6 次, 计算 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3 及 Rd 峰面积的 RSD 分别为 0.27%、0.25%、0.67%、1.68%、0.80%、2.55%, 表明仪器的精密度良好。

2.4.3 重复性考察 取同一批传统切制工艺饮片粉末 (S_9), 按“2.3.3”项下方法平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件进样, 计算 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3 及 Rd 的平均质量分数分别为 2.21、1.88、3.85、0.87、0.17、0.27 mg/g, RSD 分别为 0.60%、0.99%、1.45%、2.81%、2.52%、1.02%, 表明该方法的重复性良好。

2.4.4 稳定性考察 取 S_9 样品溶液, 分别于供试品溶液制备后 0、4、6、8、12、24 h。按“2.3.1”项下色谱条件进样, 计算 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3

及 Rd 峰面积的 RSD 分别为 0.65%、0.51%、1.74%、0.99%、0.97%、2.55%, 表明供试品溶液在室温下 24 h 内稳定性良好。

2.4.5 加样回收率考察 取已测定指标成分含量 S_9 样品约 0.5 g, 精密称定 6 份, 按 1:1 加入对照品, 按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件进行测定, 计算 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3 及 Rd 的平均回收率分别为 97.13%、97.07%、100.10%、99.99%、99.01%、100.29%, RSD 分别为 1.50%、0.81%、1.16%、1.79%、2.51%、1.36%, 符合相关规定, 表明方法准确度良好。

2.4.6 含量测定结果分析 分别测定趁鲜切制饮片和传统切制工艺饮片中各指标性成分的含量, 结果见表 6, 10 批人参趁鲜切制饮片中的 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3 及 Rd 的质量分数分别为 1.93~3.40、1.27~1.67、1.90~3.17、0.27~0.83、0.08~0.94、0.08~0.26 mg/g, 均值分别为 2.66、1.46、2.34、0.45、0.53、0.17 mg/g; 10 批传统切制工艺饮片中的 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rc 、 Rb_3 及 Rd 的质量分数分别为 1.92~3.05、1.58~2.05、2.25~3.63、0.47~0.73、0.09~0.15、0.11~0.21 mg/g, 均值分别为 2.42、1.72、2.87、0.61、0.12、0.16 mg/g。

2.4.7 人参趁鲜切制饮片及传统切制工艺饮片指标成分含量差异性分析 运用 Graphpad Prism 8.0.1 软件, 采用方差分析分别对人参趁鲜切制饮片及传统切制工艺饮片中 6 种指标成分含量进行统计学分析, $P<0.05$ 表示差异显著, 结果见表 7。结果显示, 2 种饮片中指标成分 Re 、 Rb_1 、 Rc 及 Rb_3 含量均有

表 6 趁鲜切制及传统切制工艺人参饮片中指标成分含量比较

Table 6 Comparison of contents of index components in *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting and traditional processing technology

样品	$Rg_1/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$		$Re/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$		$Rb_1/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$		$Rc/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$		$Rb_3/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$		$Rd/(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$	
	趁鲜切制	传统切制	趁鲜切制	传统切制	趁鲜切制	传统切制	趁鲜切制	传统切制	趁鲜切制	传统切制	趁鲜切制	传统切制
S_1	1.93	2.05	1.27	1.58	2.26	2.25	0.27	0.47	0.64	0.09	0.19	0.13
S_2	2.43	1.92	1.32	1.74	1.90	2.40	0.31	0.57	0.74	0.10	0.23	0.11
S_3	2.73	2.52	1.48	1.69	2.47	2.62	0.54	0.61	0.08	0.12	0.09	0.18
S_4	2.70	2.48	1.52	2.05	2.20	3.30	0.31	0.63	0.94	0.14	0.26	0.21
S_5	3.01	3.02	1.65	1.60	2.67	3.55	0.83	0.66	0.13	0.13	0.15	0.15
S_6	2.66	2.52	1.47	1.68	2.39	2.56	0.52	0.60	0.10	0.12	0.08	0.17
S_7	3.40	3.05	1.67	1.62	3.17	3.63	0.76	0.67	0.11	0.13	0.11	0.16
S_8	2.53	1.93	1.34	1.74	2.04	2.42	0.29	0.57	0.87	0.10	0.23	0.13
S_9	2.61	2.36	1.45	1.94	2.22	2.94	0.37	0.57	0.86	0.13	0.24	0.19
S_{10}	2.63	2.35	1.48	1.59	2.09	3.00	0.32	0.73	0.89	0.15	0.16	0.19

表 7 人参趁鲜切制饮片及传统切制工艺饮片指标成分含量差异性分析 ($\bar{x} \pm s, n = 10$)Table 7 Difference analysis of components of *P. ginseng* decoction slices based on fresh cutting and traditional processing technology ($\bar{x} \pm s, n = 10$)

样品	质量分数/(mg·g ⁻¹)					
	Rg ₁	Re	Rb ₁	Rc	Rb ₃	Rd
传统炮制	2.42 ± 0.40	1.72 ± 0.16	2.87 ± 0.50	0.61 ± 0.71	0.12 ± 0.02	0.16 ± 0.03
趁鲜切制	2.66 ± 0.38	1.47 ± 0.13*	2.34 ± 0.37*	0.45 ± 0.20*	0.54 ± 0.38*	0.17 ± 0.07

与传统炮制比较: * $P < 0.05$ * $P < 0.05$ vs traditional processing

统计学意义。人参趁鲜切制饮片中 Rg₁、Rb₃、Rd 含量较高, Re、Rb₁、Rc 含量较低。

3 讨论

3.1 人参趁鲜切制饮片工艺

近年来, 中药材趁鲜切制在药材初加工应用上越来越受到重视。《中药材保护和发展规划(2015~2020)》中明确提出, 推进中药材产地初加工标准化、规模化、集约化, 鼓励中药生产企业向中药材产地延伸产业链, 开展趁鲜切制和精深加工。至《中国药典》2020 年版规定可以趁鲜加工的药材达到 69 种, 例如三七、防风以及大黄, 形成了较为完整的中药加工质量评价体系文献。

刘勇等^[17]通过比较不同趁鲜切制干燥方式与传统整根干燥方式所得三七主根的干燥时间、折干率、密度、药材外观性状和内在成分, 提出了三七在生产上采用趁鲜切制后 50 °C 条件下烘干的建议。于迪等^[18]考虑趁鲜切制加工具有省去药材晒干及回润的步骤, 且能保留更多的有效成分的优势, 对鲜防风最佳切制含水率及切制后的干燥方式展开研究。辛二旦等^[19]在对大黄产地趁鲜切制研究过程中, 对比了产地趁鲜加工与传统加工对大黄饮片的影响, 采用趁鲜切制加工则减少了产地干燥时间、浸润时间和次数, 降低了生产成本, 避免了传统加工出现的药材硬, 难以切制等问题, 且所含化学成分含量较传统加工存在优势。本研究充分考虑人参的实际生产情况, 经多次研究试验, 最终选取含水量约 65% 人参鲜药材作为趁鲜切制原材料, 考察了不同烘干时间、烘干温度及切片厚度等对趁鲜切制饮片中人参皂苷含量的影响。为保证实验结果的代表性和均一性, 药材原料和切制后的饮片均做混合投料和采样处理。研究制备的人参鲜切饮片中人参皂苷含量均达到药典标准要求。

3.2 指纹图谱差异性分析

本研究分别建立趁鲜切制及传统切制工艺人参

饮片 HPLC 指纹图谱, 分别确认了 22 个共有峰, 对指纹图谱进行相似度评价, 各批次相似度结果均良好。为进一步分析人参趁鲜切制饮片与传统切制工艺饮片, 寻找二者差异性成分, 本实验引入化学计量学方法, 通过 PCA 和 OPLS-DA 分析确定指纹图谱中 8 个具有显著差异的色谱峰, 通过对照品指认峰 3 (Rg₁)、4 (Re)、14 (Rb₁)、18 (Rb₃)。峰 2、6、7、19 尚未知, 后续将会进一步采用液质联用手段对其进行鉴定, 以便更好地对人参趁鲜切制饮片及传统切制工艺饮片进行质量控制。

3.3 含量测定差异性分析

在本研究中, 通过改变趁鲜切制不同加工工艺的烘干时间、烘干温度及饮片厚度等参数, 参照《中国药典》人参项下标准以 Rg₁、Re 及 Rb₁ 为质量检测指标, 对人参趁鲜切制饮片进行评价, 结果表明, 人参趁鲜切制饮片的最佳工艺为切片厚度 1.5 mm、50 °C 鼓风干燥 8 h 的方式, 饮片形态最佳。

查阅文献报道^[20]人参趁鲜切制饮片总皂苷应高于传统饮片, 本研究也证实在指标性成分 Re、Rb₁、Rc 及 Rb₃ 含量上, 趁鲜切制与传统切制工艺下人参饮片具有一定的差异。对引起 4 种具有显著性差异的成分的原因进行推测: 干燥过程是必要的减少水分含量和水分活度, 使其能长期保持良好的品质时间。此外, 高水分人参促进微生物生长, 酶促反应及非酶促反应会导致人参迅速变质, 从而减少可能的药用和商业价值^[21-22]。

在趁鲜切制加工过程中, 人参饮片水分迅速流失, 可能使其短时间内失去与相关酶反应的条件, Re、Rb₁、Rc 不能完全被转化。此外, 可能生物转化过程中在人参内生菌的作用下 Rb₁ 转化为 Rd^[23-24], 可能是趁鲜切制饮片中 Rb₁ 含量减少的原因。但趁鲜切制饮片与传统饮片总皂苷含量之和无差别, 说明了趁鲜切制加工工艺在人参饮片生产上具有可行性。对文献中趁鲜切制后总皂苷的变化趋

势结论不一致的情况进行了验证, 确证饮片炮制过程中各操作环节无关。经总结, 本研究所选的对象均为实验室小试制备的饮片, 缺少大生产的验证, 后续将本工艺应用于中试生产进行细致优化, 以确保工艺的稳定性。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 张生灵. 人参补元气的内涵 [J]. 家庭科技, 2021(2): 53-54.
- [2] 王荣. 中药饮片人参成分及药理作用的研究讨论 [J]. 北方药学, 2019, 16(9): 194-195.
- [3] 付正丰, 岳秀永. 人参皂苷 Rg₃ 抗肿瘤的实验研究概况 [J]. 中国中医药现代远程教育, 2021, 19(16): 197-199.
- [4] 徐子晨, 范子祥, 王文倩, 等. 人参皂苷抗乳腺癌分子机制的研究进展 [J]. 中草药, 2022, 53(20): 6601-6610.
- [5] 韩翰, 耿广军, 江岩, 等. 人参多糖对不同类型肿瘤细胞生长增殖的影响 [J]. 沈阳医学院学报, 2016, 18(3): 132-134.
- [6] Liang L D, He T, Du T W, et al. Ginsenoside-Rg₅ induces apoptosis and DNA damage in human cervical cancer cells [J]. *Mol Med Rep*, 2015, 11(2): 940-946.
- [7] Li J, Li R G, Li N, et al. Mechanism of antidiabetic and synergistic effects of ginseng polysaccharide and ginsenoside Rb₁ on diabetic rat model [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2018, 158: 451-460.
- [8] Wang S H, Liang W X, Lu J, et al. *Penicillium* sp. YJM-2013 induces ginsenosides biosynthesis in *Panax ginseng* adventitious roots by inducing plant resistance responses [J]. *Chin Herb Med*, 2020, 12(3): 257-264.
- [9] Chen F, Huang G L. Antioxidant activity of polysaccharides from different sources of ginseng [J]. *Int J Biol Macromol*, 2019, 125: 906-908.
- [10] Hua M, Lu J X, Qu D, et al. Structure, physicochemical properties and adsorption function of insoluble dietary fiber from ginseng residue: A potential functional ingredient [J]. *Food Chem*, 2019, 286: 522-529.
- [11] 高健, 吕邵娃. 人参化学成分及药理作用研究进展 [J]. 中医药导报, 2021, 27(1): 127-130.
- [12] 刘伟, 李伟. 我国人参加工炮制和产业化发展现状与展望 [J/OL]. 吉林农业大学学报, 2022-04-11. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/22.1100.S.20220409.1049.003.html>.
- [13] 中国药典 [S]. 一部. 2020: 136-137.
- [14] 刘志, 王立娟, 郑毅男, 等. RP-HPLC 法测定鲜人参中丙二酰基人参皂苷的含量 [J]. 药物分析杂志, 2007, 27(9): 1322-1324.
- [15] 白羽辛, 王玥玥, 贡济宇, 等. 不同灭菌方式人参粉的皂苷含量、指纹图谱分析及灭菌效果评价 [J]. 食品工业科技, 2021, 42(10): 229-235.
- [16] 白羽辛, 蔡广知, 郭云龙, 等. 基于指纹图谱及多元统计分析评价人参粉的质量 [J]. 中药材, 2020, 43(11): 2734-2739.
- [17] 刘勇, 陈骏飞, 徐娜, 等. 趁鲜切制加工对三七药材干燥速率和质量的影响 [J]. 中国中药杂志, 2019, 44(7): 1381-1391.
- [18] 于迪, 杨欣欣, 王莹, 等. 防风趁鲜切制的含水率及不同干燥方式对饮片质量的影响 [J]. 中草药, 2022, 53(9): 2678-2686.
- [19] 辛二旦, 司昕蕾, 边甜甜, 等. 大黄产地趁鲜切制工艺优选及与传统加工的比较研究 [J]. 时珍国医国药, 2020, 31(6): 1368-1370.
- [20] 张昊, 刘伟, 朱亮亮, 等. 人参产地趁鲜切制技术对人参有效成分含量的影响 [J/OL]. 吉林农业大学学报, 2022-09-14. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/22.1100.S.20220913.1624.004.html>.
- [21] Xu X F, Xu S Y, Zhang Y, et al. Chemical comparison of two drying methods of mountain cultivated ginseng by UPLC-QTOF-MS/MS and multivariate statistical analysis [J]. *Molecules*, 2017, 22(5): 717.
- [22] Ren G X, Chen F. Determination of moisture content of ginseng by near infra-red reflectance spectroscopy [J]. *Food Chem*, 1997, 60(03): 433-436.
- [23] 强宝宝, 韦坤华, 梁莹, 等. 人参愈伤诱导及其次生代谢产物的影响因素研究进展 [J]. 湖北农业科学, 2021, 60(21): 5-11.
- [24] 张薇. 人参根际土壤真菌与内生真菌的多样性及人参皂苷生物催化活性菌株的筛选 [D]. 大连: 辽宁师范大学, 2011.

[责任编辑 郑礼胜]