

西洋参配方颗粒质量标准 及指纹图谱的研究

汤成成, 邱智东, 杨 晶, 董金香*

(长春中医药大学药学院, 吉林长春 130117)

摘要:目的:建立西洋参配方颗粒质量控制方法。方法:通过TLC对西洋参进行鉴别,用不同产地的10批西洋参制成配方颗粒,建立HPLC指纹图谱。色谱条件为,色谱柱:ZORBAX SB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液梯度洗脱;检测波长:203 nm;柱温:25 °C。结果:薄层色谱鉴别方法专属性强,斑点清晰,且阴性无干扰;人参皂苷R_{g1}、人参皂苷Re及人参皂苷R_{b1}分别在0.0794~0.4764 μg/mL($r=1$)、0.318~1.908 μg/mL($r=0.9998$)、0.8216~4.9296 μg/mL($r=0.9999$)范围内线性关系良好。建立了西洋参的指纹图谱,确定13个共有峰,相似度在0.944~0.988之间。结论:实验方法结果准确、重复性好。HPLC指纹图谱的建立,能够对该配方颗粒的鉴别与质量评价做出较全面的反映。

关键词:西洋参, 配方颗粒, 质量标准, 指纹图谱

Study on quality standard and fingerprint of American ginseng granule

TANG Cheng-cheng, QIU Zhi-dong, YANG Jing, DONG Jin-xiang*

(School of Pharmaceutical Sciences, Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130117, China)

Abstract: Objective: To establish the quality control method of American ginseng granule. Methods: 10 batches of American ginseng from different regions were identified by TLC and made into American ginseng granules which were established quality standard by HPLC fingerprint. The HPLC condition was that: ZORBAX SB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) column, gradient elution of mobile phase of acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution, 203 nm detection wavelength, 25 °C column temperature. Results: The TLC method showed well specificity, clear spots with no negative interference. The fine linear ranges of Ginsenoside R_{g1}, Re and R_{b1} were 0.0794~0.4764 μg/mL ($r=1$), 0.318~1.908 μg/mL ($r=0.9998$), 0.8216~4.9296 μg/mL ($r=0.9999$) respectively. The fingerprint of American ginseng was established with 13 common peaks and a similarity between 0.944 to 0.988. Conclusion: The method was accurate with good reproducibility. HPLC fingerprint provided a comprehensive reflection on identification and quality evaluation of the granule.

Key words: American ginseng; granule; quality standards; fingerprint

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2015)24-0071-06

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2015.24.006

西洋参为五加科植物西洋参(*Panax quenquifolium*)的干燥根^[1],为常用补气药之一,具有滋补强壮,养血生津,安神益智的功效。皂苷类^[2-3]、多糖类为西洋参中的主要活性成分^[4-6],作为药物可用于治疗高血压、冠心病、心绞痛等病症。配方颗粒保持了中药饮片的性味与功效,具有不需煎煮^[7]、调配方便^[8-9]、吸收快捷^[10-11]、临床使用可随证组方的优点^[12]。因此对西洋参配方颗粒中的主要活性成分人参皂苷R_{g1}、人参皂苷Re、人参皂苷R_{b1}进行质量控制尤为重要。

HPLC具有优良的分离能力以及高效性、高选择

性,已成为鉴别不同药材种属,同种药材质量是否均一及其质量优劣的评价工具^[13]。目前国内外未见有对西洋参配方颗粒质量标准及HPLC指纹图谱的研究。本文以西洋参配方颗粒为研究对象,对10批不同产地的西洋参配方颗粒进行研究,由于不同产地的西洋参中人参皂苷含量有较大的差距,所以用不同产地的药材饮片作为原料,生产的配方颗粒中人参皂苷的含量也会不同,其品质也就良莠不齐。为了更好地监控西洋参配方颗粒的质量,鉴定西洋参配方颗粒的优劣,本文对西洋参配方颗粒进行现代质量

收稿日期: 2015-05-02

作者简介: 汤成成(1989-),女,硕士研究生,研究方向:中药药剂学, E-mail: 1056909444@qq.com。

* 通讯作者: 董金香(1963-),女,教授,研究方向:中药药剂学, E-mail: 741833543@qq.com。

基金项目: 吉林省科技支撑计划项目(20130201009zy)。

控制的研究,制定西洋参配方颗粒的HPLC指纹图谱,为临床用药的安全性和稳定性提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

甲醇、三氯甲烷、乙酸乙酯 分析纯,北京化工厂;乙腈、甲醇 色谱纯,江苏汉邦科技有限公司;硅胶G 青岛海洋化工厂;拟人参皂苷F11标准品 中国食品药品检定研究院,批号110841-201304;人参皂苷Rb₁标准品 中国食品药品检定研究院,批号must-12102301;人参皂苷Re标准品 中国食品药品检定研究院,批号must-13041201;人参皂苷Rg₁标准品 中国食品药品检定研究院,批号must-13041301;西洋参 收集西洋参主产区吉林敦化、抚松等地见表1,经长春中医药大学药学院中药鉴定教研室姜大成教授鉴定为五加科植物西洋参的干燥根,吉林敖东集团力源制药股份有限公司;西洋参配方颗粒 长春中医药大学研发中心,贮存于阴凉、干燥处,温度15℃以下。

Agilent1100高效液相色谱仪(自动进样器,四元泵,DAD检测器) 美国安捷伦公司;真空干燥箱 上海林频仪器股份有限公司;EL-204型电子分析天平 梅特勒-托利多仪器有限公司;TP-150超声波清洗机 广东固特超声股份有限公司。

表1 西洋参10批不同产地样品

Table 1 10 batches of American ginseng samples from different origins

| 样品 | 产地 | 购买地 |
|-----|--------------|-----|
| S1 | 吉林省通化市抚松县 | 长春 |
| S2 | 吉林省敦化市额穆镇桦树村 | 黑龙江 |
| S3 | 吉林省敦化市青沟子乡 | 陕西 |
| S4 | 吉林省敦化市黄泥河镇 | 通化 |
| S5 | 吉林省抚松县 | 山东 |
| S6 | 吉林省敦化市黑石乡 | 山西 |
| S7 | 黑龙江省鸡西市 | 辽宁 |
| S8 | 吉林省蛟河市 | 吉林 |
| S9 | 吉林省安图县 | 延边 |
| S10 | 吉林省集安市 | 长春 |

1.2 实验方法

1.2.1 薄层色谱鉴别 参照《中国药典》2010年版西洋参项下薄层鉴别的方法。以拟人参皂苷F11、人参皂苷Rb₁、人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁为对照,取10个产地的样品制成10批配方颗粒(批号:130601、130602、130603、130604、130605、130606、130607、130608、130609、130610)分别制成供试品溶液I~X进行鉴别。

1.2.2 西洋参配方颗粒的含量测定与指纹图谱方法

1.2.2.1 对照品溶液的制备 取人参皂苷Rb₁对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg₁对照品,精密称定,加甲醇制成每1 mL各含人参皂苷Rg₁ 0.1 mg、人参皂苷Re 0.4 mg、人参皂苷Rb₁ 1 mg的混标对照品溶液,即得。

1.2.2.2 供试品溶液的制备 取样品,研细,约1.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入水饱和正丁醇50 mL,密塞,称定重量,250 W超声处理30 min,取出放冷后,再称定重量,用水饱和正丁醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液25 mL,置蒸发皿中60℃蒸干,加50%甲醇适量,使其溶解,转移至10 mL容量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀,取续滤液,精密吸取续滤液2.5 mL于10 mL容量瓶中,加50%甲醇定容至刻度,摇匀,即得供试品溶液。

1.2.2.3 色谱条件 参照《中国药典》2010年版西洋参项下含量测定方法。色谱条件为,色谱柱:ZORBAX SB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液梯度洗脱;检测波长:203 nm;柱温:25℃。色谱图记录时间为100 min。按照相关系数和夹角余弦公式进行计算^[14]。

2 结果与分析

2.1 薄层鉴别结果

在供试品色谱中,与对照药材、对照品色谱相应的位置上,显相同的斑点,阴性对照无干扰。结果见图1。



图1 西洋参配方颗粒薄层色谱图

Fig.1 TLC chromatogram of American ginseng granules

2.2 10批样品薄层色谱鉴别

供试品溶液I~X的色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。表明该鉴别方法具有良好的专属性和重现性,结果见图2、图3。

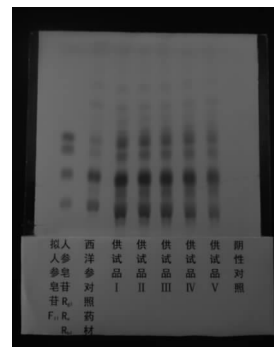


图2 I~V批薄层色谱图

Fig.2 TLC chromatogram of Batch I~V

2.3 含量测定

分别精密吸取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液(溶解溶剂50%甲醇)3种溶液各10 μL,注入

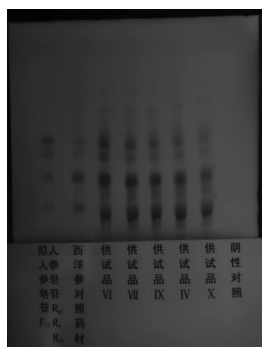


图3 VI~X批薄层色谱

Fig.3 TLC chromatogram of Batch VI~X

液相色谱仪, 色谱图见图4。表明阴性无干扰。供试品色谱中呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

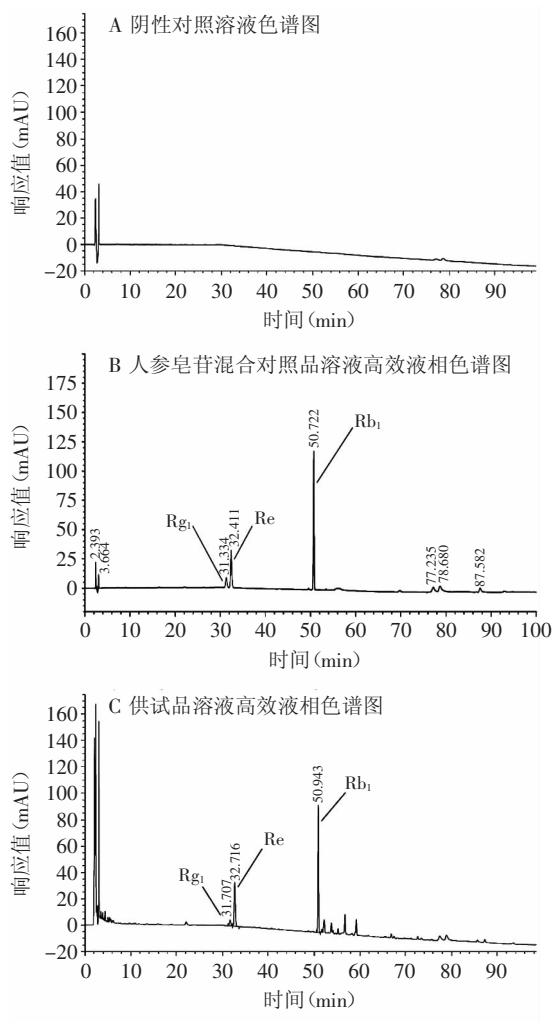


图4 系统适用性

Fig.4 System suitability

2.3.1 线性关系考察 分别精密吸取混合人参皂苷对照品溶液2、4、6、8、10、12 μL 注入液相色谱仪进行分析, 以进样体积为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 绘制标准曲线。计算回归方程: 人参皂苷 Rg_1 : $y=75.403x-1.7933$, $r=1$, 说明人参皂苷 Rg_1 在0.0794~0.4764 $\mu\text{g}/\text{mL}$

范围内呈良好的线性关系; 人参皂苷 Re : $y=237.53x+7.6467$, $r=0.9998$, 说明人参皂苷 Re 在0.318~1.908 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈良好的线性关系; 人参皂苷 Rb_1 : $y=543.11x-15.18$, $r=0.9999$, 说明在0.8216~4.9296 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈良好的线性关系。

2.3.2 精密度实验 精密吸取混合对照品溶液10 μL , 注入液相色谱仪, 连续进样6次, 计算峰面积, 考察精密度。结果表明, 人参皂苷 Rg_1 、人参皂苷 Re 、人参皂苷 Rb_1 对照品溶液连续测定结果的RSD分别为0.37%、0.30%、0.27%, 表明仪器和方法的精密度良好, 测定结果可信。

2.3.3 稳定性实验 精密吸取同一供试品溶液及对照品溶液各10 μL , 隔0、4、8、12、24、36 h分别注入液相色谱仪, 以对照品峰面积值为指标, 测定其稳定性, 结果见表2。

表2 人参皂苷 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 稳定性实验

Table 2 Stability test of Ginsenoside Rg_1 , Re , Rb_1

| 时间 (h) | 对照品峰面积 | | | 供试品峰面积 | | |
|-----------|---------------|-------------|---------------|---------------|-------------|---------------|
| | Rg_1 | Re | Rb_1 | Rg_1 | Re | Rb_1 |
| 0 | 150.9 | 479.3 | 1076.8 | 87.2 | 586.0 | 1008.2 |
| 4 | 149.8 | 483.5 | 1087.2 | 88.4 | 590.3 | 1013.3 |
| 8 | 152.5 | 485.5 | 1093.7 | 85.6 | 591.4 | 1018.1 |
| 12 | 151.5 | 488.4 | 1097.3 | 85.7 | 593.4 | 1024.6 |
| 24 | 150.9 | 488.7 | 1098.1 | 86.6 | 588.4 | 1017.7 |
| 36 | 151.1 | 489.7 | 1101.0 | 87.5 | 590.3 | 1019.8 |
| \bar{x} | 151.1 | 485.9 | 1092.4 | 86.8 | 590.0 | 1017.0 |
| RSD (%) | 0.58 | 0.81 | 0.82 | 1.25 | 0.43 | 0.55 |

表2结果表明, 人参皂苷 Rg_1 对照品溶液和供试品溶液在36 h内测定结果的RSD分别为0.58%、1.25%; 人参皂苷 Re 对照品溶液和供试品溶液在36 h内测定结果的RSD分别为0.81%、0.43%; 人参皂苷 Rb_1 对照品溶液和供试品溶液在36 h内测定结果的RSD分别为0.82%、0.55%; 表明人参皂苷 Rg_1 、人参皂苷 Re 、人参皂苷 Rb_1 对照品的稳定性良好, 即36 h内测定结果可靠。

2.3.4 重现性实验 精密称取同一批样品, 共6份, 见1.2.2.2项下供试品溶液制备, 测定结果, 计算含量。结果表明, 人参皂苷 Rg_1 的平均含量为1.0569 mg/g (RSD1.19%); 人参皂苷 Re 的平均含量为8.7770 mg/g (RSD0.78%); 人参皂苷 Rb_1 的平均含量为16.6815 mg/g (RSD0.73%), 表明该方法重现性良好。

2.3.5 加样回收率实验 精密称取见1.2.2.2项下已知含量样品, 共6份, 分别精密加入对照品适量, 测定结果, 计算回收率。结果表明, 人参皂苷 Rg_1 平均回收率为98.02%, RSD为2.34%; 人参皂苷 Re 平均回收率为98.76%, RSD为1.74%; 人参皂苷 Rb_1 平均回收率为101.44%, RSD为2.73%, 表明本法准确性较好, 方法可行。

2.3.6 10批样品含量测定 样品中人参皂苷 Rg_1 、人参皂苷 Re 、人参皂苷 Rb_1 的含量结果见表3。原药材中含人参皂苷 Rg_1 、人参皂苷 Re 、人参皂苷 Rb_1 的总量为

表3 含量测定结果

Table 3 Results of content determination

| 批号 | 人参皂苷R _g ₁ (mg/g) | 人参皂苷R _e (mg/g) | 人参皂苷R _b ₁ (mg/g) | 平均含量(mg/g) | 含量(mg/袋) | 转移率(%) |
|--------|--|---------------------------|--|------------|----------|---------|
| 130601 | 1.3669 | 11.0275 | 22.6514 | 35.0458 | 52.5687 | 61.9914 |
| 130602 | 1.4927 | 12.3973 | 22.5381 | 36.4281 | 54.6422 | 64.4366 |
| 130603 | 1.0906 | 10.5749 | 20.2146 | 31.8801 | 47.8202 | 56.3917 |
| 130604 | 1.0057 | 10.5804 | 20.0247 | 31.6108 | 47.4162 | 55.9153 |
| 130605 | 1.1282 | 11.0986 | 20.0689 | 32.2957 | 48.4436 | 57.1269 |
| 130606 | 1.3869 | 10.6811 | 21.1466 | 33.2146 | 49.8219 | 58.7522 |
| 130607 | 1.3372 | 11.1856 | 22.7069 | 35.2297 | 52.8446 | 62.3167 |
| 130608 | 1.1536 | 10.7629 | 20.5737 | 32.4902 | 48.7353 | 57.4709 |
| 130609 | 1.3379 | 11.6005 | 21.0125 | 33.9509 | 50.9264 | 60.0547 |
| 130610 | 0.9856 | 10.0498 | 19.8887 | 30.9241 | 46.3862 | 54.7007 |

2.12%,西洋参配方颗粒每袋装1.5 g(相当于饮片4 g),计算转移率结果见表3。(转移率=药材含量×药材量/相应药材提取含量×颗粒重量)

表3结果表明,人参皂苷含量范围在46.3862~54.6422 mg/袋之间,参照《中国药典》2010年版西洋参项下规定人参皂苷R_g₁、R_e、R_b₁的总量不得少于2.0%^[15]。结果符合规定,因实际生产中人参皂苷会有部分损失(以20%计),因此本品每袋含西洋参以三种人参皂苷含量计,不得少于37.0 mg。

2.4 西洋参配方颗粒HPLC指纹图谱

2.4.1 精密度实验 取1号西洋参供试品溶液,连续进样6次,记录色谱图,以样品中人参皂苷R_b₁为参照。测得各色谱峰的峰面积和保留时间,计算标准偏差,得到共有峰的相对峰面积的RSD值为:0.00~2.78%。各组分相对保留时间的RSD值为:0.00~1.04%。表明仪器精密度良好。

2.4.2 稳定性实验 取1号西洋参供试品溶液,分别在0、2、4、8、12、24 h检测指纹图谱,以样品中人参皂苷R_b₁为参照。结果各共有峰在24 h内峰面积和保留时间无明显变化,相对峰面积的RSD值分别为:0.00%~2.72%。各色谱峰相对保留时间的RSD值为:0.00%~4.59%。说明24 h内其化学性质稳定。

2.4.3 重现性实验 取1号西洋参样品6份,记录色谱图,以样品中人参皂苷R_b₁为参照。测得各色谱峰的峰面积和保留时间,计算标准偏差,得到的相对峰面积的RSD值分别为:0.00%~2.78%。各组分相对保留时间的RSD值为:0.00%~2.42%。表明该方法重现性良好。

2.5 HPLC指纹图谱的建立及分析

2.5.1 参照峰的选择及共有峰的标定 人参皂苷R_b₁是西洋参中的一种重要的化学成分,也是西洋参中含量最多的皂苷类成分之一,以人参皂苷R_b₁为指标,采用高效液相色谱法进行含量测定。3号峰为所选对照品(人参皂苷R_b₁)的吸收峰,峰面积在图谱中所占的比例较大,且稳定,并且为各批药材所共有,因此选其为参照物峰。共有峰是指不同产地,不同采收期的西洋参药材所制配方颗粒中相对保留时间相同(RSD<3%)的峰。10批不同产地西洋参药材所制配方颗粒相对保留时间、相对峰面积,并计共有峰个

数,以80%以上供试品均具有的峰,记为共有峰,其中确定共有峰13个,如图5所示。

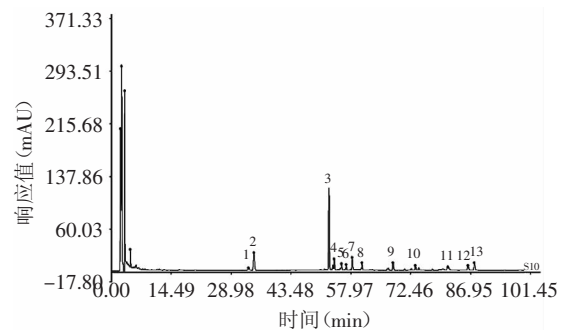


图5 西洋参配方颗粒指纹图谱共有13个峰

Fig.5 13 common peaks in the fingerprint of American ginseng granule

2.5.2 共有峰的相对峰面积与相似度的计算 10批不同产地西洋参配方颗粒指纹图谱的测定及相对峰面积数据结果见图6和表4,其中确定共有指纹峰13个,西洋参配方颗粒指纹图谱的非共有峰峰面积占总峰面积的比例均小于10%,符合指纹图谱的要求。以人参皂苷R_b₁色谱峰的保留时间和成分峰面积积分值参照,得出各共有峰的相对保留时间和相对峰面积,考察10批样品中相同成分峰相对峰面积的RSD值是否符合指纹图谱研究技术要求;以13个共有峰峰面积的均值做模板,以1号样为参照,利用

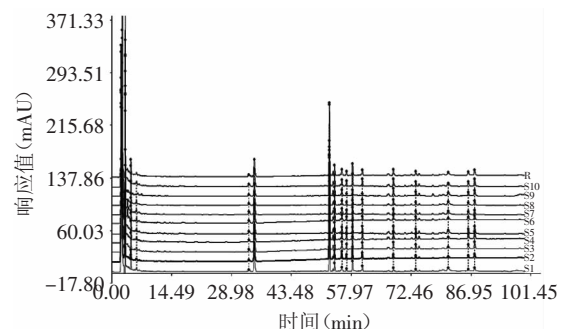


图6 10批不同产地西洋参配方颗粒HPLC指纹图

Fig.6 HPLC fingerprint of 10 batches American ginseng granule from different origins

表4 10批不同产地西洋参配方颗粒共有峰的相对峰面积

Table 4 The relative peak area of common peaks of 10 batches American ginseng granule from different origins

| 峰号/样品号 | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | S7 | S8 | S9 | S10 |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 峰-1 | 0.0793 | 0.0823 | 0.0792 | 0.0766 | 0.0818 | 0.0809 | 0.0806 | 0.0785 | 0.0781 | 0.0742 |
| 峰-2 | 0.5029 | 0.5442 | 0.548 | 0.4899 | 0.5198 | 0.5163 | 0.5169 | 0.5134 | 0.519 | 0.4844 |
| 峰-3 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 | 1.0000 |
| 峰-4 | 0.1444 | 0.1462 | 0.1409 | 0.1445 | 0.1408 | 0.1409 | 0.1408 | 0.1413 | 0.1404 | 0.1359 |
| 峰-5 | 0.1012 | 0.1168 | 0.1072 | 0.1013 | 0.104 | 0.1037 | 0.1038 | 0.1029 | 0.1033 | 0.1002 |
| 峰-6 | 0.0436 | 0.0452 | 0.0443 | 0.0448 | 0.0443 | 0.0443 | 0.0433 | 0.0435 | 0.0438 | 0.0416 |
| 峰-7 | 0.1993 | 0.2008 | 0.1916 | 0.1919 | 0.1974 | 0.1973 | 0.1974 | 0.1992 | 0.1934 | 0.1864 |
| 峰-8 | 0.1299 | 0.1357 | 0.1321 | 0.1301 | 0.1347 | 0.1357 | 0.1351 | 0.1356 | 0.1345 | 0.1241 |
| 峰-9 | 0.0598 | 0.0691 | 0.0593 | 0.0578 | 0.0641 | 0.0652 | 0.0654 | 0.0649 | 0.0661 | 0.0524 |
| 峰-10 | 0.0301 | 0.037 | 0.0367 | 0.0324 | 0.0297 | 0.0296 | 0.029 | 0.0302 | 0.0287 | 0.0279 |
| 峰-11 | 0.1769 | 0.1881 | 0.1798 | 0.1755 | 0.1746 | 0.1743 | 0.1721 | 0.1797 | 0.1786 | 0.1663 |
| 峰-12 | 0.0527 | 0.0552 | 0.055 | 0.0552 | 0.0518 | 0.0517 | 0.0552 | 0.0525 | 0.0529 | 0.0492 |
| 峰-13 | 0.0796 | 0.0884 | 0.0873 | 0.0879 | 0.0769 | 0.0765 | 0.0765 | 0.0865 | 0.0869 | 0.0749 |

表5 10批不同产地西洋参配方颗粒相似度评价表

Table 5 Similarity evaluation on 10 batches American ginseng granule from different origins

| 样品 | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | S7 | S8 | S9 | S10 |
|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 对照指纹图谱 | 0.974 | 0.969 | 0.978 | 0.986 | 0.981 | 0.988 | 0.984 | 0.967 | 0.944 | 0.981 |

“相关系数”法计算各西洋参样品全图谱的相似度。10批不同产地西洋参配方颗粒的相似度见表5。结果表明,10批不同产地西洋参配方颗粒样品的相似度0.944~0.988在之间。

3 讨论

通过对10批不同产地西洋参配方颗粒的测定,计算各批西洋参配方颗粒色谱图共有峰的相对峰面积,以可指出的人参皂苷R_{g1}(1号峰)、人参皂苷R_e(2号峰)、人参皂苷R_{b1}(3号峰)作为共有峰中的主要色谱峰,3个主要色谱峰均出现在10批样品的HPLC指纹图谱中,并且相对保留时间严格一致。以人参皂苷R_{b1}作为参照峰,人参皂苷R_{g1}的相对峰面积最大值为0.0823,最小值为0.0742;人参皂苷R_e的相对峰面积最大值为0.5480,最小值为0.4844。结果表明由于产地、气候、土壤等条件的不同,导致人参皂苷的含量有差异,产地为吉林省敦化市额穆镇桦树村的第2批样品中人参皂苷含量较高,在10批西洋参配方颗粒中质量最好;而产地为吉林省集安市的第10批样品中人参皂苷含量较低,在10批西洋参配方颗粒中质量相对稍差。

4 结论

本实验采用薄层色谱法对10批样品进行鉴别,特征斑点明显,重复性好,专属性强。人参皂苷R_{g1}、R_{b1}、R_e具有专属性且含量较高,采用HPLC对其含量测定,方法简便、快捷、准确度高、重现性和精密度好,平均加样回收率可达98.76%、101.44%和98.76%,RSD值分别为2.34%、1.74%和2.73%,故选用此种方法用于西洋参配方颗粒的定性、定量鉴别,控制产品的质量。

通过对10批不同产地西洋参配方颗粒的研究,建立了西洋参配方颗粒的HPLC指纹图谱,经多次重

复进样,稳定性、重现性、精密度效果均良好,各样品中共有峰的相对保留时间严格一致,13个共有峰的相对峰面积变化趋势一致^[9],其中保留时间在50.122 min的人参皂苷R_{b1}色谱峰相对保留时间及相对峰面积居中。与相邻色谱峰分离度好,可用于辨认和评价色谱指纹图谱的特征,确定为指纹图谱的参照峰。西洋参配方颗粒质量标准 and 指纹图谱的建立可以有效地控制西洋参药材的质量,为更深入的、全面的研究提供依据。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中国药典2010版(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:122.
- [2] 苏健,李海舟,杨崇仁. 吉林产西洋参的皂甙成分研究[J]. 中国中药杂志,2003,28(9):830-833.
- [3] 高保松,赵慧凡. 西洋参茎叶总皂苷的稳定性研究[J]. 西北药学杂志,1995,10(1):30-32.
- [4] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册[M]. 北京:中国医药科技出版社,1994:20.
- [5] 朱伟,杜伯榕,朱迅,等. 西洋参多糖对小鼠脾淋巴细胞的刺激效应[J]. 白求恩医科大学学报,1997,23(3):236-238.
- [6] 吕宗智,王德凯,于晓风,等. 西洋参茎叶总皂苷对免疫功能的影响[J]. 黑龙江中医药,1992,11(5):46-48.
- [7] 曹炳君. 单味中药浓缩颗粒是一个重大的创举[J]. 江苏中医,2001,22(8):45-46.
- [8] 肖永庆,原思通,王永炎. 关于实现中药饮片关于生产规范化相关问题的建议[J]. 中国中药杂志,2002,27(7):487-488.
- [9] 罗慧玲,陈美欢,何友勤,等. 中药配方颗粒在医院的发展趋势[J]. 湖南中医药导报,2004,10(12):48-50.
- [10] 杨晓光. 十字路口上的中药配方颗粒[J]. 首都医药,2001,8(10):10-11.

(下转第81页)

才开始被检测到,其后含量逐渐增加($p < 0.05$),成熟25 d时达到5.60%。5种吡嗪类物质赋予发酵牦牛肉熟制的味道如炒花生、坚果香、杏仁味、烤香等气味。在金华火腿^[14]中,同样检测到了吡嗪类物质的存在,它们可能源于氨基酸Strecker降解反应,氨基酸在发生Strecker反应后的主要产物氨基酮异构为烯醇胺,而后环化生成吡嗪类物质^[15]。这些在成熟过程中代谢产生的吡嗪类物质对发酵肉制品的特征风味形成具有重要作用。

2.2 成品发酵牦牛肉挥发性风味组成分析

在成品发酵牦牛肉挥发性成分的组成中,烃类含量最高(31.29%),其次是醇类(21.40%)、酮类(12.56%)和吡嗪类(5.60%)。这一结果与Kaban^[6]的报道相似,烃类也是土耳其干腌牛肉“pastirma”的风味组成中最丰富的成分。但是发酵牦牛肉的风味组成却不同于另外的几类干腌或发酵肉制品。例如,在克罗地亚和西班牙的干腌猪火腿中^[13,16],脂肪氧化产物醛类是最丰富的;在西班牙的干腌马肉“Cecina”^[7]产品中,酯类物质是含量最高的;而在意大利的“San Daniele”火腿^[17]中醇类是含量最高的组成成分。原料肉的性质差异、加工工艺的不同及香辛料等配料使用的不同可能是导致各类产品风味组成差异的原因,也正因此形成了各自产品的独特风味品质。

3 结论

在发酵牦牛肉的挥发性成分检测中,通过气相色谱-质谱方法共检测到84种化合物,其中经GC-O方法鉴定的活性香气成分有48种,包括12种烃类、8种醇类、7种酮类、3种醛类、3种酸类、2种含硫化合物、4种酯类、7种含氮化合物和2种酚类。在成熟过程中,烃类和酮类含量整体呈现波动变化。醛类和酯类含量在成熟前期增加,而后又降低。酸类和吡嗪类形成于成熟过程,含量逐渐增加。成品发酵牦牛肉挥发性成分中,烃类是含量最高的,其次是醇类、酮类及吡嗪类化合物,这些成分主要来自腌制阶段添加的香辛料、氨基酸的降解及微生物的代谢。

参考文献

- [1] 董建国,路守栋,段虎,等. 发酵肉制品研究新进展[J]. 食品工业科技,2012,33(11):375-378.
- [2] 万红玲,雒林通,吴建平. 牦牛肉品质特性研究进展[J]. 畜牧兽医杂志,2012,31(1):36-40.
- [3] 张丽,孙宝忠,魏晋梅,等. 牦牛肉发酵过程中的品质变化

分析[J]. 肉类研究,2014(5):20-24.

- [4] Węsierska E, Szoltysik M, Migdał W. The properties of fermented beef products ripened as entire primal cuts of m. semitendinosus, m. semimembranosus and mm. psoas major and minor[J]. Annals of animal science, 2014, 14(1): 197-212.
- [5] Bolzoni L, Barbieri G, Virgili R. Changes in volatile compounds of Parma ham during maturation[J]. Meat Science, 1996, 43: 301-310.
- [6] Kaban G. Changes in the composition of volatile compounds and antimicrobial and physicochemical parameters during pastirma processing[J]. Meat Science, 2009, 82(1): 17-23.
- [7] Lorenzo J M. Changes on physico-chemical, textural, lipolysis and volatile compounds during the manufacture of dry-cured foal “Cecina”[J]. Meat Science, 2014, 96(1): 256-263.
- [8] 黄江艳,李秀娟,潘思轶. 固相微萃取技术在食品风味分析中的应用[J]. 食品科学,2012,33(7):289-298.
- [9] Yang C, Luo L, Zhang H, et al. Common aroma-active components of propolis from 23 regions of China[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2010, 90(7): 1268-1282.
- [10] Ruiz J, Ventanas J, Cava R, et al. Volatile compounds of dry-cured iberian ham as affected by the length of the curing process[J]. Meat Science, 1999, 52(1): 19-27.
- [11] 顾赛麒,陶宁萍,吴娜,等. 一种基于ROAV值鉴别蟹类关键特征性风味物的方法[J]. 2012, 33(13): 410-416.
- [12] Muriel E, Antequera T, Petró M J, et al. Volatile compounds in iberian dry-cured loin[J]. Meat Science, 2004, 68(3): 391-400.
- [13] Purriños L, Bermúdez R, Franco D, et al. Development of volatile compounds during the manufacture of dry-cured “Lacón” a spanish traditional meat product[J]. Journal of Food Science, 2011, 76(1): C89-C97.
- [14] Huan Y, Zhou G, Zhao G, et al. Changes in flavour compounds of dry-cured Chinese Jinhua ham during processing[J]. Meat Science, 2005, 71(2): 291-299.
- [15] Calkins C R, Hodgen J M. A fresh look at meat flavour [J]. Meat Science, 2007, 77(1): 63-80.
- [16] Marušić N, Vidaček S, Jančić T, et al. Determination of volatile compounds and quality parameters of traditional istrian dry-cured ham[J]. Meat Science, 2014, 96(4): 1409-1416.
- [17] Gaspardo B, Procida G, Toso B, et al. Determination of volatile compounds in san daniele ham using headspace GC-MS[J]. Meat Science, 2008, 80(2): 204-209.

(上接第75页)

- [11] 毛翼,李霞,翁德会,等. 免煎中药配方颗粒与传统中药汤剂的比较[J]. 湖北中医杂志,2007,27(11):62-63.
- [12] 黄建平,吴美丽. 单味中药浓缩颗粒剂与中药饮片对比分析[J]. 时针国医国药,2004,15(10):38-39.
- [13] 赵君峰,马丽苹,白志川. 川渝地区金银花HPLC指纹图谱的研究[J]. 食品工业科技,2014,35(7):292-302.

- [14] 周嘉琳. 试论发展中药配方颗粒的重要意义[J]. 中医杂志,2007,48(2):177-178.
- [15] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中国药典2010版(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:123.
- [16] 符群,高齐,于天斌,等. 红松种蜂中多酚HPLC指纹图谱的建立[J]. 食品工业科技,2014,35(7):279-283.