# 液相色谱-四级杆-飞行时间质谱 检测人参奶粉中的皂苷类成分

李慧<sup>1</sup>,王恩鹏<sup>1</sup>,朱敏<sup>2</sup>,焦传新<sup>1</sup>,刘淑莹<sup>1</sup>,陈长宝<sup>1</sup>,吴巍<sup>1</sup>,王文清<sup>2</sup> (1. 长春中医药大学,吉林省人参科学研究院,吉林长春 130117) (2. 黑龙江飞鹤乳业有限公司,黑龙江齐齐哈尔 161000)

摘要: 人参山羊奶粉是一种由人参超微粉与奶粉混合而成的乳制品,生产过程中常需要精确控制其中的皂苷成分。本文建立了一种人参奶粉中皂苷类成分的提取分离方法,并结合液相色谱-四级杆-飞行时间质谱 (LC-Q-TOF-MS) 技术对其中的皂苷单体成分进行了鉴定和定量分析。该提取方法回收率(101.1%~105.3%)和精密度(1.28%)高,稳定性好。通过二级质谱碎裂技术鉴定了奶粉中 20 种皂苷单体成分,并定量测定了 Rg1, Re, Rb1, Rb2, Rc, Rd 六种皂苷单体含量。干法制备的奶粉中总皂苷含量(3.44±0.51 mg/g)高于湿法制备获得的人参奶粉(2.38±0.14 mg/g)。皂苷单体的测定结果与总皂苷一致,两种奶粉中皂苷单体的测定结果为:Rg1(11.22±3.1 μg/g v.s. 8.03±2.9 μg/g),Re (22.99±5.5 μg/g v.s. 18.91±0.38 μg/g),Rb1(7.43±0.41 μg/g v.s. 4.83±0.14 μg/g),Rb2(65.29±5.32 μg/g v.s. 58.21±3.15 μg/g),Rc(11.64±1.02 μg/g v.s. 8.80±0.92 μg/g),Rd(10.09±0.69 μg/g v.s. 7.81±0.52 μg/g)。湿法制备得到的人参奶粉的均匀度较好,两种奶粉提取物中质谱检测未发现明显的皂苷降解峰。本方法可以为含有人参成分的食品分析检测和质量控制提供技术方案。

关键词: 奶粉; 人参; 皂苷; 质谱 文章篇号: 1673-9078(2020)03-281-287

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2020.3.037

## Determination of Ginseng Saponin in Ginseng-milk with Liquid

# Chromatography-Quadrupole-Time of Flight-mass Spectrometry

LI Hui<sup>1</sup>, WANG En-peng<sup>1</sup>, ZHU Min<sup>2</sup>, JIAO Chuan-xin<sup>1</sup>, LIU Shu-ying<sup>1</sup>, CHEN Chang-bao<sup>1</sup>, WU Wei<sup>1</sup>, WANG Wen-qing<sup>2</sup>

(1.Changchun University of Chinese Medicine, Jilin Ginseng Academy, Changchun 130117, China) (2.Heilongjiang Feihe Dairy Limited Company, Qiqihar 161000 China)

Abstract: Ginseng goat milk powder is a dairy product made by mixing ginseng ultrafine powder with milk powder. An extraction and separation method was established and validated for the recovery, precision and stability. The liquid chromatography- Quadrupole-Time of Flight -mass spectrometry (LC-Q-TOF-MS) was used for the identification and quantification of saponin monomers. The method had good stability, high precision (1.28%) and high recovery (101.1-105.3%). Twenty saponin monomers were fingerprinted and identified with MS2, then the peak areas were compared in two milk powers. The content of saponin in ginseng milk powder obtained by dry preparation method (3.44 $\pm$ 0.51 mg/g) was higher than that of ginseng milk powder obtained by wet preparation method (2.38 $\pm$ 0.14 mg/g). However, the uniformity was poor. No obvious degradation components were found in the total ion chromatograms, which were consistent with total saponin results. Saponin monomers contents in two milk power were: Rg1 (11.22 $\pm$ 3.1  $\mu$ g/g v.s. 8.03 $\pm$ 2.9  $\mu$ g/g), Re (22.99 $\pm$ 5.5  $\mu$ g/g v.s. 18.91 $\pm$ 0.38  $\mu$ g/g), Rb1  $\mp$ 1  $\pm$ 1  $\pm$ 1  $\pm$ 2  $\pm$ 3.1  $\pm$ 3  $\pm$ 4  $\pm$ 5  $\pm$ 5  $\pm$ 5  $\pm$ 6  $\pm$ 7  $\pm$ 8.

李慧,王恩鹏,朱敏,等.液相色谱-四级杆-飞行时间质谱检测人参奶粉中的皂苷类成分[J].现代食品科技,2020,36(3): 281-287

LI Hui, WANG En-peng, ZHU Min, WU Qing-ping, et al. Determination of Ginseng Saponin in Ginseng-milk with Liquid Chromatography-Quadrupole-Time of Flight-mass Spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(3): 281-287

收稿日期: 2019-09-19

基金项目:吉林省优秀青年人才基金项目(20180520062JH);吉林省教育厅项目(JJKH20190473KJ);吉林省中医药管理局项目(DZ 2801)

作者简介: 李慧(1984-), 女, 助理研究员, 研究方向: 中药指纹图谱分析

通讯作者:吴巍(1974-),女,研究员,研究方向:中药指纹图谱分析;共同通讯作者:王文清(1978-),男,研究方向:乳品科学

 $(7.43\pm0.41 \ \mu\text{g/g} \ v.s. \ 4.83\pm0.14 \ \mu\text{g/g})$ , Rb2  $(65.29\pm5.32 \ \mu\text{g/g} \ v.s. \ 58.21\pm3.15 \ \mu\text{g/g})$ , Rc  $(11.64\pm1.02 \ \mu\text{g/g} \ v.s. \ 8.80\pm0.92 \ \mu\text{g/g})$ , Rd  $(10.09\pm0.69 \ \mu\text{g/g} \ v.s. \ 7.81\pm0.52 \ \mu\text{g/g})$ . The method can provide a basis for saponin detection in complex matrices in food field.

Key words: milk power; ginseng; saponin; mass spectrometry

人参(Panax Ginseng C.A. Meyer)是五加科植物人 参的干燥根, 具有大补元气复脉固脱的功效, 是补益 佳品[1]。2012年,人参被国家卫生部批准成为药食同 源的中药材,允许在限定范围内作为药食两用,被批 准进入食品领域后,人参开始以食品添加剂的形式出 现在各类食品中[2-4]。与食品的结合使用体现了药食同 源的特性, 也更好的发挥了其补益作用。中医认为, 山羊奶是一种更适合老年人、婴幼儿和病中及康复期 的患者使用的补益食品[5,6]。与牛奶相比,山羊奶的过 敏原性更低,是牛奶过敏者的替代品。人参山羊奶粉 是一种将人参超微粉与山羊奶混合而制成的乳制品, 由黑龙江飞鹤乳业开发研制,包含两种产品,一种是 人参超微粉直接混合山羊奶粉制得的干法人参奶粉 (Ginseng milk powder with dry method, GPD), 一种是 将人参超微粉与奶粉混合后喷干而制得的湿法人参奶 粉(Ginseng milk powder with wet method, GPW)。

皂苷是人参中的主要功效成分,具有抗衰老、抗 疲劳等药理学作用。但是连续长期大量服用人参,可 能会产生头痛、失眠、心悸等副作用。因此,作为药 食同源的中药材人参需要在限定的范围内作为药食两 用。《中国药典 2015 版》中对于食品人参的限量是每 天不超过3g。食品需要绝对安全, 所以有必要对于食 品中添加的人参含量进行严格的把控。食品人参皂苷 的含量低,基质干扰大,提取和检测非常困难[7]。传 统的中药提取方法如煎煮法、浸渍法、回流法和索氏 法等[8-10]已不能满足要求。奶粉中含有多种氨基酸、 脂肪酸和单糖等成分,在加热提取过程中易发生糊化, 包裹皂苷类成分,进一步增加皂苷提取难度[11]。本文 在已有文献研究的基础上,采用超声提取的方法进行 提取分离,获得奶粉中的皂苷类成分。并通过液相色 谱-四级杆飞行时间质谱联用(LC-Q-TOF-MS)技术[7,8] 对获得的皂苷中单体成分进行分析检测,利用选择性 离子扫描(Selected Ion Monitoring, SIM)和目标化合物 二级碎裂(Target MS2)方式实现对提取分离得到的皂 苷类成分进行定性鉴别和定量分析[12,13]。本实验将为 复杂体系中皂苷类成分的分析检测和产品的质量控制 提供技术参考。

## 1 材料与方法

## 1.1 材料、仪器与试剂

山羊奶粉 (Milk Powder, MD)、人参超微粉 (Ginseng ultrafine powder, GP)、干法人参山羊奶粉 (GPD)和湿法人参山羊奶粉(GPW)均由黑龙江飞鹤乳业有限公司提供;甲醇及乙腈色谱纯试剂,购自美国 Tedia 公司;正丁醇、冰醋酸、香草醛和高氯酸购自中国上海 TCI 有限公司。

KQ-3200B 超声提取仪,昆山市超声仪器有限公司;SHB-3 真空泵,郑州杜甫仪器厂;N-1100 旋转蒸发仪,日本东京理化器械株式会社;HH-4 水浴锅,常州智博睿仪器制造有限公司;Infinite N200 pro 酶标仪,美国 TECAN 公司;Agilent 6520 型四极杆-飞行时间质谱仪质谱仪;Aglient1200 液相系统,美国Agilent 公司;Agilent 公司。

## 1.2 方法

## 1.2.1 标准品溶液的制备

分别精密称取 Rg1、Re、Rb1、Rb2、Rc、Rd 标准品各 5 mg 至 5 mL 容量瓶中,甲醇定容至刻度,梯度稀释成含有标准品浓度分别为 0.5、1、2、5、10、20、50  $\mu g/mL$  的标准品系列溶液,备用。

### 1.2.2 供试品溶液的制备

称取含人参超微粉为 1 g 的 GPD、GPW、人参超 微粉(GP)和空白奶粉(BP)样品分别置于 250 mL 具塞 三角瓶中,加入 70%的甲醇 160 mL,摇匀后超声提取 1.5 h,过滤,重复三次,合并提取液。将提取液减压浓缩并定容至 50 mL,得到提取液。向提取液中加入乙醚脱脂(1:1),弃去乙醚层,加入水饱和正丁醇(1:1)萃取 2 次,合并正丁醇,水浴挥干,甲醇溶解残渣并定容至 10 mL 得到供试品溶液,过 0.45 μm 微孔滤膜 备用。

#### 1.2.3 LC-Q-TOF LC-MS 测定皂苷单体

色谱条件: Sigma-Aldrich C18 色谱柱(50×3.0 mm, 2.7  $\mu$ m),300 bar,采用二元线性梯度洗脱:流动相 A为 0.1%(体积分数)甲酸水溶液,B为乙腈;梯度设置:0~5 min,15%~19% B; 5~10 min,19% B; 10~28 min,19%~26% B; 28~38 min,26%~60% B; 38~42 min,60%~100% B,流速为 0.5 mL/min,进样量 2  $\mu$ L,柱温 35  $^{\circ}$ C。

质谱条件:采用电喷雾电离源(ESI),负离子模式,质量扫描范围 m/z 200~1500,雾化气温度:300  $\mathbb{C}$ ;

干燥气( $N_2$ )流速: 9 L/min; 干燥气温度: 350  $\mathbb{C}$ ; 雾 化器压力: 45 psi。提取离子流峰面积定量,窗口宽度 50 ppm。

## 1.2.4 香草醛冰醋酸法测定总皂苷

精密量取 100 μL供试品溶液至 15 mL 具塞刻度 试管中,氮气吹干。加入新鲜配制的香草醛-冰醋酸溶 液(5%)0.2 mL,摇匀后加入高氯酸 0.8 mL,60 ℃水 浴加热 10 min,立即转入冰水浴冷却,取出加入冰醋 酸 5 mL 终止反应。得到样品溶液,于 560 nm 处测吸 光度值,以 Re 为标准对照品计算样品中总皂苷含量。 1.2.5 方法学考察

本实验对总皂苷含量和六种皂苷单体含量分别采用紫外分光光度法以及液质联用法测定,并分别进行了方法学考察,描述如下:

标准曲线及线性范围:分别精密量取标准储备液40、80、100、120、160、200、240 μL 按1.2.3 及1.2.4 项下总皂苷测定方法,记录吸光度值/峰面积值与浓度的变化关系,绘制标准曲线。

重复性实验: 平行制备 6 份 GP 供试品溶液,按 1.2.1 项下方法提取其中的皂苷类成分计算总皂苷及皂苷单体含量。将样品室温放置,吸取 20 μL,分别 在 0、15、30 和 60 min 记录吸光度及峰面积值。

加样回收率实验:精密称取 GP 1.00 g 加入 15.84 g 山羊奶粉中,混匀,制备加样人参山羊奶粉,按 1.2.1 项下样品的提取方法进行提取,获得提取物溶液,计算总皂苷及皂苷单体含量。

#### 1.2.6 数据处理

LC-Q-TOF LC-MS 数据均采用 Agilent workstation 软件进行处理。以提取离子流峰面积进行定量,提取窗口宽度为50 ppm。

## 2 结果与讨论

## 2.1 总皂苷含量测定结果

本实验采用香草醛冰醋酸法对 1.2.2 项下的供试品溶液中总皂苷含量进行测定,方法学结果显示,以Re 为标准品,该法标准曲线为 Y=15.04X-0.0019, $R^2=0.9996$ ,线性范围 0.0067~0.04 mg/mL。六次提取总皂苷含量的 RSD 值为 1.28%,供试品在 60 min 内稳定,该提取方法的加样回收率为 101.1%~105.3%,回收率合格。

在获得了稳定的人参皂苷提取方法后,分别对

GPD 和 GPW 皂苷含量进行测定,得到结果如表 1 所示。

表 1 干法和湿法奶粉中皂苷含量 (mg/g)

	~ .		~	- ~
Table 1	Saponin	contents in	GPD :	and GPW

样品	皂苷1	皂苷2	皂苷3	平均值±SD
GPD	3.51	2.89	3.91	3.44±0.51
GPW	2.52	2.38	2.24	$2.38\pm0.14$

GPD 和 GPW 的生产过程中加入了相同量的人参超微粉,测得结果 GPD 中皂苷含量为 3.44±0.51 mg/g,GPW 中皂苷含量为 2.38±0.14 mg/g。干法制备得到的人参奶粉中皂苷含量高于湿法。在对三个样品取样测定结果可知,GPW 中皂苷含量均匀度要优于 GPD,这说明湿法混合得到的样品更均匀。

以70%的甲醇-水为提取溶剂,超声提取奶粉中皂苷类成分,利用甲醇溶液对奶粉和皂苷类成分溶解的选择性,使奶粉在提取溶剂中呈现很好的分散状态,避免了超声过程中的结块现象。同时,利用超声波提取的方法一方面可以使溶剂与人参超微粉充分接触,另一方面利用超声波的震荡作用,获得超微粉中的皂苷类成分,此外,超声波还能够有效避免提取过程中的热效应,这样既能使皂苷成分提取完全又能使样品易于过滤。

## 2.2 Q-TOF-LC-MS 法测定皂苷单体

#### 2.2.1 皂苷单体的定性鉴别

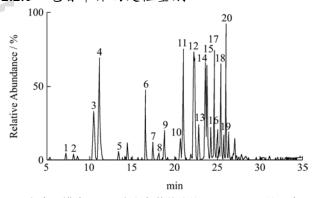


图 1 负离子模式下不同人参皂苷单体的 LC-Q-TOF-MS 的总离子 流图

 $\label{eq:Fig.1} \textbf{Fig.1 Total ion chromatogram of the identified ginseng saponin} \\ \textbf{in negative ion mode with LC-Q-TOF-MS}$ 

注: 1: Glc-Rf; 2: noto-R1; 3: Rg1; 4: Re; 5: mRf; 6: Rf; 7: F3; 8: Fa; 9: Rg2; 10: Ra1; 11: Rb1; 12: mRb1; 13: Ra2; 14: mRc; 15: Rc; 16: Rb3; 17: Rb2; 18: Rd; 19: Rs1; 20: mRd。

#### 表 2 人参皂苷单体的质谱信息

Table 2 MS information of saponin monomers

<sub></sub>	<b>☆</b> / ↓	manin,	D.1	D2	D.O.	质核比		峰面积	
序号	F 单体 保留时间/min R1	R1	R2	R3	[M-H]	[M+Ac]	GPD	GPW	
1	Glc-Rf	7.21	ОН	-O-Glc-Glc	Glc	961.54	1007.54	13548	8658
2	noto-R1	8.06	ОН	-O-Glc-xyl	Glc	931.53	977.53	8219	5916
3	Rg1	10.33	ОН	-O-Glc	Glc	799.48	845.49	1108706	797188
4	Re	11.06	ОН	-O-Glc-rha	Glc	945.54	991.55	2280554	1865834
5	mRf	11.38	OH mal	-O-Glc-Glc	ОН	841.47	885.48	9123	7899
6	Rf	16.54	ОН	-O-Glc-Glc	ОН	799.48	845.49	488521	385160
7	F3	17.39	ОН	-OH	-Glc-rha	769.47	815.48	155002	115517
8	Fa	18.00	-O-Glc-Glc-xyl	- H	-Glc-Glc	1239.64	1285.64	22966	16618
9	Rg2	18.61	ОН	-O-Glc-rha	ОН	784.49	829.50	372144	265419
10	Ra1	20.44	-O-Glc-Glc	-H	-Glc-ara-xyl	1209.63	1255.62	131025	86867
11	Rb1	20.84	-O-Glc-Glc	Н	-Glc-Glc	1107.67	1153.67	601555	399000
12	mRb1	22.02	-O-Glc-Glc mal	Н	-Glc-Glc	1193.67	1239.67	977339	923492
13	Ra2	22.67	-O-Glc-Glc	Н	-Glc-ara-xyl	1209.63	1255.63	228351	204858
14	mRc	23.44	-O-Glc-Glc mal	Н	-Glc-ara	1163.58	1209.59	1666085	1452779
15	Rc	23.68	-O-Glc-Glc	Н	-Glc-ara	1077.58	1123.59	300672	228929
16	Rb3	24.17	-O-Glc-Glc	H	-Glc-xyl	1077.59	1123.59	40868	25386
17	Rb2	24.53	-O-Glc-Glc-mal	Н	-Glc-ara	1163.58	1209.59	1418971	1265827
18	Rd	25.43	-O-Glc-Glc	Н	-Glc	945.54	991.55	728150	569437
19	Rs1	25.71	-O-Glc-Glc(C3H2O3)	Н	-Glc-xyl	1119.59	1165.60	63227	52031
20	mRd	26.03	-O-Glc-Glc mal	Н	-Glc	1031.54	1077.55	1420337	1212733

采用 Q-TOF-LC-MS 技术对提取样品中皂苷类成分进行了分析。对总离子流图(图 1)中获得的色谱峰进行二级质谱碎裂技术鉴定。鉴定了提取物中的 20 种皂苷类成分。以三醇型皂苷 Re 为例,说明 LC-Q-TOF-MS/MS 鉴定方法:在 0.1%的甲酸水作为流动相的负离子检测模式下,t<sub>R</sub>=11.06 min 的色谱峰对应质谱出现 m/z=991.59 和 m/z=945.56 两个质谱峰(图 2),二者相差 46 u,提示二者分别为[M-H]和 [M+HCOO],母离子分子量应为 946。以适当的碰撞能量裂解母离子 m/z=945.56,得到 m/z=475.38 的质谱碎片,证明该质谱峰为三醇型皂苷的特征碎片离子,m/z=161.04 和 m/z=131.03 分别对应失水的葡萄糖和阿拉伯糖残基,该结构中含有两个葡萄糖和一个鼠李糖,根据报道的文献推测该皂苷为三醇型皂苷 Re。

本文所采用的色谱条件可以有效分离提取液中的 皂苷成分,选择合适碎裂电压保留时间对母离子碎裂, 根据现有文献报道,对应二级质谱图鉴定了人参提取 液中 20 种皂苷类成分,其质谱信息以及在 GPD 和 GPW 中的峰面积如表 2 所示。

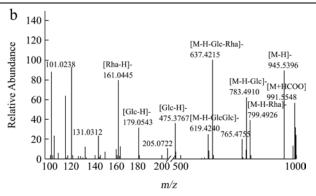


图 2 Re 的碎裂机理(a)及负离子模式下的二级质谱图(b)

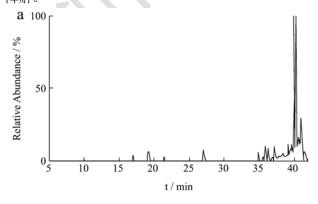
# Fig.2 Fragmentation pattern of Re (a) and MS/MS Spectrum of Re in negative mode (b)

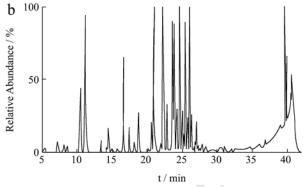
从药材中获得皂苷的种类及含量与提取温度、时间和溶剂种类密切相关<sup>[14,15]</sup>。本文采用的是 70%的甲醇超声提取,避免了提取过程中的加热反应,使人参药材中的丙二酰基皂苷得到较好的保留,在总离子流色谱图中检测到的丙二酰基皂苷峰较多,这也说明了在奶粉制备过程中丙二酰基人参皂苷并未受到过多的破坏。

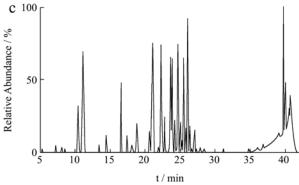
#### 2.2.2 供试品总离子流色谱图

将 1.2.1 项处理得到的人参提取物样品按 1.2.3 项 方法进行质谱分析,得到各样品总离子流色谱图如图 3 所示。

MP(图 3a)中空白的山羊奶粉中未出现皂苷的色谱峰,说明经提取后奶粉中的脂肪、氨基酸等成分不会对皂苷类成分的检测形成干扰,本文采用的提取方法专属性好,基质干扰低。GPD(图 3c)和 GPW(图 3d)中各皂苷单体分离度好,提取物总离子流色谱图的图谱相。相比于人参超微粉 GP(图 3b),GPD(图 3c)和 GPW(图 3d)中在总离子流色谱图中没有观测到明显的降解峰,说明在制备人参奶粉的过程中无论是干法制备还是湿法制备都不会对皂苷单体成分造成明显的降解。







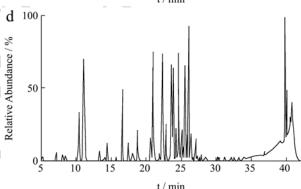


图3 负离子模式下提取物总离子流色谱图

Fig.3 TIC of ginseng saponin monomers in different extractions with negative ion mode

注: a: MP; b: GP; c: GPD; d: GPW。

#### 2.2.3 六种皂苷单体的含量测定结果

根据总离子流图中提取离子流峰面积,分别对人参皂苷 Rg1, Re, Rb1, Rb2, Rc, Rd 进行分析,对六种皂苷单体定量的方法学进行了考察,得到结果如表 3 所示。

本方法的线性范围宽,对于六种皂苷单体的定量范围为  $1~50~\mu g/mL$ ,定量下限为  $0.5~\mu g/mL$ 。人参皂苷 Rg1,Re,Rb1,Rb2,Rc,Rd 峰面积的相对标准偏差为 0.89%,1.21%,1.11%,0.78%,0.86%,0.92%,表明该方法精密度良好。六种皂苷单体在放置 24~h 后峰面积分别为 0~时刻的 98.2%、97.6%、100.3%、

101.2%、103.5%、102.1%,说明该溶液在 24 h 内稳定。 采用向奶粉中添加人参超微粉的方式考察提取方法的 加样回收率,以提取离子流峰面积对其进行定量,结 果显示人参皂苷 Rg1、Re、Rb1、Rb2、Rc、Rd 的回 收率分别为 95.3%、109.5%、92.3%、97.7%、91.5%、 98.2%,说明该方法的回收率良好。 将供试品的峰面积代入表 2 标准曲线中,得到GPD和GPW中皂苷单体含量如表 3 所示。从本实验结果看出,GPW中皂苷单体含量相对于GPD低,而GPD中结果的偏差相对GPW较大,提示湿法混合有利于提高产品的含量均匀度,这与总皂苷含量测定结果一致。

表 3 六种皂苷单体含量测定方法学结果

Table 3 Method validation results of six saponin monomers

项目	标准曲线	相关系数r²	定量下限/(μg/mL)	线性范围/(μg/mL)	稳定性/%	精密度/(RSD%)	回收率/%
Rg1	Y=58000X+13312	0.9926	0.5	1~50	98.2	0.89	95.3
Re	Y=60481X-60643	0.9994	0.5	1~50	97.6	1.21	109.5
Rb1	Y=46203X+23465	0.9994	0.5	1~50	100.3	1.11	92.3
Rb2	Y=12847X+6524.7	0.9981	0.5	1~50	101.2	0.78	97.7
Rc	Y=14994X+6718.5	0.9998	0.5	1~50	103.5	0.86	91.5
Rd	Y=41452X+23932	0.9995	0.5	1~50	102.1	0.92	98.2

表 3 样品中人参各皂苷单体含量

Table 3 Saponin contents saponin monomers

样品 -	含量/(µg/g)							
	Rg1	Re	Rb1	Rb2	Rc	Rd		
GPD	11.22±3.1	22.99±5.5	7.43±0.41	65.29±5.32	11.64±1.02	10.09±0.69		
GPW	$8.03\pm2.9$	18.91±0.38	4.83±0.14	58.21±3.15	8.80±0.92	$7.81\pm0.52$		

### 3 结论

- 3.1 本实验研究了飞鹤乳业提供的两种人参奶粉,包括湿法人参奶粉(GPW)和干法人参奶粉(GPD),由于制备工艺的差异,GPD 中总皂苷含量(3.44±0.51 mg/g)高于 GPW 中(2.38±0.14 mg/g),而是 GPW 中皂苷含量的均匀度高于 GPD,皂苷单体检测结果也成呈现一致的结论,说明湿法混合得到的样品更均匀。
- 3.2 本实验建立了一种奶粉中人参皂苷的提取方法,该方法回收率高(101.1%~105.3%)、精密度好(1.28%)。采用甲醇超声提取的方式能够简单、快速、高效的获得人参药材中的皂苷类成分,可以获得皂苷含量低、基质干扰影响较大的人参食品中的皂苷成分,该提取方法可以为含有人参成分类食品的提取分离以及质量控制提供实验指导。

#### 参考文献

- [1] 郭丹丹,成乐琴,李玲,等.响应曲面法优化微波辅助提取人参须根粉中人参皂苷 Rg5 的工艺研究[J].食品工业科技,2017,38(11): 229-234
  - GUO Dan-dan, CHENG Le-qin, LI Ling, et al. Optimization of microwave assisted extraction of ginsenoside Rg5 from ginseng fibrous root powder by response surface methodology [J]. Science and Technology of Food Industry,

- 2017, 38(11): 229-234
- [2] 郑斯文,白玉洁,冯耀培,等.人参米抗疲劳和抗氧化活性研究[J].人参研究,2018,30(3):14-17
  - ZHENG Si-wen, BAI Yu-jie, FENG Yao-pei, et al. Anti-fatigue and anti-oxidation effects of ginseng rice [J]. Ginseng Research, 2018, 30(3): 14-17
- [3] 贺阳,殷金龙,李坤,等.人参八宝茶的研制[J].食品研究与开发,2015,36(24):86-88
  - HE-Yang, YIN Jin-long, LI Kun, et al. The research of the ginseng eight treasures tea [J]. Food Research and Development, 2015, 36(24): 86-88
- [4] 吴琼,陈丽娜,王晶,等.人参多糖发酵乳饮料的生产工艺及 质构分析[J].食品科技,2015,40(10):83-87
  - WU Qiong, CHEN Li-na, WANG Jing, et al. Production process of ginseng polysaccharide fermented milk beverage and texture analysis [J]. Food Science and Technology, 2015, 40(10): 83-87
- [5] 冉丹,张燕俊,袁列江,等.离子色谱法检测婴幼儿配方奶粉中低聚半乳糖含量[J].食品研究与开发,2019,40(4):148-153 RAN Dan, ZHANG Yan-jun, YUAN Lie-jiang, et al. Determination of galactooligosaccharides in infant formula by ion chromatography [J]. Food Research and Development, 2019, 40(4): 148-153
- [6] 史怀平,罗军,党立峰,等.山羊奶的营养成分及营养价值的

- 提高途径[J].黑龙江畜牧兽医,2017,9:118-122
- SHI Huai-ping, LUO Jun, DANG Li-feng, et al. Review on improvement approaches of nutrition composition and nutritional value in goat milk [J]. Heilongjiang Animal Science and Veterinary Medicine, 2017, 9: 118-122
- [7] 魏建华,杨文志,刘强,等.人参饼干中人参总皂苷、人参单体皂苷 Rb1、及 Re+Rg1 含量测定及人参饼干中人参皂苷的定性鉴别[J].人参研究,2013,25(1): 31-33
  - WEI Jian-hua, YANG Wen-jian, LIU Qiang, et al. Determination of ginseng total saponins, ginseng monomer saponins Rb1, and Re+Rg1 in ginseng biscuits and qualitative identification of ginsenosides in ginseng biscuits [J]. Ginseng Research, 2013, 25(1): 31-33
- [8] 王中立,欧阳柳凤,张蔷,等.人参皂苷的提取及总皂苷纯化工艺的研究进展[J].世界科学技术:中医药现代化,2016, 18(9):1596-1601
  - WANG Zhong-li, OUYANG Liu-feng, ZHANG Qiang, et al. A progress on the extraction and purification of ginseng total saponins [J]. World Science and Technology-Modernization of Traditional Chinese Medicine, 2016, 18(9): 1596-1601
- [9] 陈阿丽,崔永霞,周立艳,等.正交试验法优选人参水提工艺[J].中国现代药物应用,2009,3(9):21-22
  - CHEN A-li, CUI Yong-xia, ZHOU Li-yan, et al.

    Optimization of water-extraction technology for Panax ginseng by orthogonal design [J]. Chinese Journal of Modern Drug Application, 2009, 3(9): 21-22
- [10] 林龙飞,杨培,闫磊,等.人参茎叶水提液中人参皂苷热稳定性研究及其有效期推算[J].中国实验方剂学杂志,2012, 18(24):137-141
  - LIN Long-fei, YANG Pei, YAN Lei, et al. Studies on thermal stability of ginsenosides aqueous solution from the stem and leaf of ginseng and calculate the term of validity [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2012, 18(24): 137-141

- [11] 董微,郜玉钢,何忠梅,等.人参中人参皂苷提取分离研究进展[J].食品工业科技,2014,35(17): 366-369

  DONG Wei, GAO Yu-gang, HE Zhong-mei, et al. Research
  - DONG Wei, GAO Yu-gang, HE Zhong-mei, et al. Research progress in extraction and separation technology of ginsenosides [J]. Science and Technology of Food Industry, 2014, 35(17): 366-369
- [12] 马亚娟,王宝春,殷海霞,等.液质联用技术在中药成分研究中的应用[J].临床医药文献电子杂志,2017,4(56):11076-11077
  - MA Ya-juan, WANG Bao-chun, YIN Hai-xia, et al. Application of liquid-mass-mass spectrometry in the study of traditional Chinese medicine ingredients [J]. Journal of Clinical Medical Literature (ElectronicEdition) 2017, 4(56): 11076-11077
- [13] 祁昆,王洋,陈涛,等.液质联用在中药复方制剂研究中的应用[J].天津中医药大学学报,2017, 36(5): 396-400
  - QI Kun, WANG Yang, CHEN Tao, et al. Application of LC-MS in the research of traditional Chinese medicine prescriptions [J]. Journal of Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, 2017, 36(5): 396-400
- [14] 杨宗林,李慧,王冰,等.Q-TOFLC/MS 技术分析乙醇体积分数对人参单体皂苷提取率的影响[J].中国药房,2015,26(34):4834-4836
  - YANG Zong-lin, LI Hui, WANG Bing, et al. Analysis of the impact of ethanol volume fraction on extract rate of ginsenoside monomer by Q-TOF LC/MS [J]. China Pharmacy, 2015, 26(34): 4834-4836
- [15] 李慧,焦丽丽,章国磊,等.液相色谱-质谱联用技术分析提取 温度对药材中人参皂苷单体提取率的影响[J].天然产物研 究与开发,2018,30(7):1119-1125
  - LI Hui, JIAO Li-li, ZHANG Guo-lei, et al. Temperature influence on extraction efficiency of ginseng saponin with liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Natural Product Research and Development, 2018, 30(7): 1119-1125