

西洋参配方颗粒

Xiyangshen Peifangkeli

【来源】 本品为五加科植物西洋参 *Panax quinquefolium* L. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取西洋参饮片 2000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30%-45%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至黄色的颗粒；气微而特异，味微苦、甘。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，加水饱和的正丁醇振荡提取 2 次，每次 25ml，合并正丁醇液，用水洗涤 2 次，每次 10ml，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 4ml 使溶解，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取拟人参皂苷 F₁₁ 对照品、人参皂苷 Rb₁ 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg₁ 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述六种溶液各 3μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5~10℃放置 12 小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

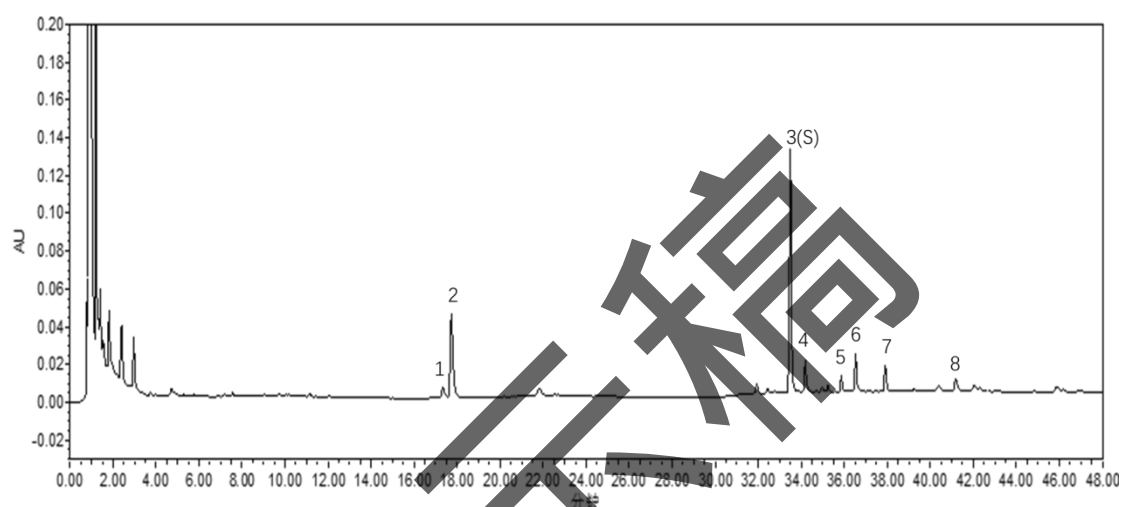
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取西洋参对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 30 分钟，滤过，取续滤液 10ml，置 20ml 容量瓶中，加甲醇至刻度，超声（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 3μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 8 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 2、峰 3 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与人参皂苷 Rb₁ 对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 4~8 与 S 峰的相对保留时间。其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.02（峰 4）、1.07（峰 5）、1.09（峰 6）、1.13（峰 7）、1.22（峰 8），计算峰 6 与峰 4 的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 1.20。



对照特征图谱

峰 1：人参皂苷 Rg₁； 峰 2：人参皂苷 Re； 峰 3 (S)：人参皂苷 Rb₁；

峰 4：人参皂苷 Rc； 峰 6：人参皂苷 Rd；

色谱柱：Thermo-C18，2.1mm×150mm；2.6 μ m

【检查】 人参 取人参对照药材 1g，照〔鉴别〕项下对照药材溶液制备的方法制成对照药材溶液，取〔鉴别〕项下的供试品溶液作为供试品溶液。照〔鉴别〕项下方法试验，供试品色谱中，不得显与对照药材完全一致的斑点或荧光斑点。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

其他有机氯类农药残留量 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 分析柱：以键合交联 14%氰丙基苯基二甲基

硅氧烷为固定液（DM1701 或同类型）的毛细管柱（30m×0.32mm×0.25μm），验证柱：以键合交联 5%苯基甲基硅氧烷为固定液（DB5 或同类型）的毛细管柱（30m×0.32mm×0.25μm）；⁶³Ni-ECD 电子捕获检测器；进样口温度 230℃，检测器温度 300℃，不分流进样。柱温为程序升温：初始温度 60℃，保持 0.3 分钟，以每分钟 60℃升至 170℃，再以每分钟 10℃升至 220℃，保持 10 分钟，再以每分钟 1℃升至 240℃，每分钟 15℃升至 280℃，保持 5 分钟。理论板数按 α-BHC 峰计算应不低于 1×10⁵，两个相邻色谱峰的分离度应大于 1.5。

混合对照品储备液的制备 分别精密称取五氯硝基苯、六氯苯、七氯（七氯、环氧七氯）、氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹）农药对照品适量，用正己烷溶解分别制成每 1ml 约含 100μg 的溶液。精密量取上述对照品溶液各 1ml，置同一 100ml 量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀；或精密量取有机氯农药混和对照品溶液 1ml，置 10ml 量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀，即得（每 1ml 含各农药对照品 1 μg）。

混合对照品溶液的制备 精密量取上述混合对照品储备液，用正己烷制成每 1ml 分别含 1ng、2ng、5ng、10ng、20ng、50ng、100ng 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，振摇 10 分钟，精密加丙酮 50ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用丙酮补足减失的重量，再加氯化钠约 8g，精密加二氯甲烷 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）15 分钟，再称定重量，用二氯甲烷补足减失的重量，振摇使氯化钠充分溶解，静置，转移至离心管中，离心（每分钟 3000 转）3 分钟，使完全分层，将有机相转移至装有适量无水硫酸钠的具塞锥形瓶中，放置 30 分钟。精密量取 15ml，置 40℃水浴中减压浓缩至约 1ml，加正己烷约 5ml，减压浓缩至近干，用正己烷溶解并转移至 5ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，转移至离心管中，缓缓加入硫酸溶液（9→10）1ml，振摇 1 分钟，离心（每分钟 3000 转）10 分钟，分取上清液，加水 1ml，振摇，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和与之相应浓度的混合对照品溶液各 1μl，注入气相色谱仪，分别连续进样 3 次，取 3 次平均值，按外标法计算，即得。

本品中含五氯硝基苯不得过 0.1mg/kg；六氯苯不得过 0.1mg/kg；七氯（七

氯、环氧七氯之和)不得过 0.05mg/kg; 氯丹(顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和)不得过 0.1mg/kg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版通则 0104)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201)项下的热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 26.0%

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)测定。
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,(柱长为 150mm,内径为 2.1mm,粒径为 2.6μm);以乙腈为流动相 A,以水为流动相 B,按下表中的规定进行洗脱,流速为每分钟 0.3ml;柱温为 30℃;检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rb₁ 峰计算应不低于 10000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~8	5→20	95→80
8~14	20	80
14~20	20→26	80→74
20~28	26	74
28~29	26→30	74→70
29~38	30→40	70→60
38~48	40→43	60→57

对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg₁ 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rb₁ 对照品适量,精密称定,加乙腈-水(20:80)混合溶液分别制成每 1ml 含人参皂苷 Rg₁15μg、人参皂苷 Re0.4mg、人参皂苷 Rb₁ 0.5mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 40kHz)30 分钟,放冷,再称定重量,用 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含人参皂苷 Rg₁ (C₄₂H₇₂O₁₄)、人参皂苷 Re (C₄₈H₈₂O₁₈) 和人参皂苷 Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃) 的总量应为 41.0mg~72.0mg。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g。

【贮藏】 密封。

文件稿