

附件：西洋参国家药品标准草案公示稿（修订部分）

西洋参

Xiyangshen

PANACIS QUINQUEFOLII RADIX

【检查】水分 不得过 13.0% (通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 5.0% (通则 2302)。

人参 取人参对照药材 1 g，照〔鉴别〕项下对照药材溶液制备的方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取〔鉴别〕项下的供试品溶液和上述对照药材溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2) 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，不得显与对照药材完全相一致的斑点。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（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。

五氯硝基苯 照气相色谱法（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 $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m），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 $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m）；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。理论板数按五氯硝基苯峰计算应不低于 1 $\times$ 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 100 μ g 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合对照品溶液 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 μ g）。

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，粉碎成细粉（过二号筛），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 1 μ l，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。

牵头单位：中国食品药品检定研究院

参与单位：安徽省食品药品检验研究院、四川省药品检验研究院、广州市药品检验所、上海市食品药品检验研究院、河北省药品医疗器械检验研究院、深圳市药品检验研究院、贵州省食品药品检验所

主要起草人及联系方式：刘芫汐 金红宇 010-53852484

西洋参标准草案起草说明

1. 拟删除西洋参农药残留检查项中六氯苯、七氯、氯丹的检测指标，统一执行通则0212药材和饮片检定通则项下禁用农药残留要求。
2. 农药残留检测项名称修订为“五氯硝基苯”。