

人 参 须

Renshenxu

GINSENG LEPTORADIX

本品为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥支根及须根。多于秋季采挖,洗净,晒干或烘干。

【性状】 本品支根呈圆柱形或长圆锥形,较直或略弯曲,长 3~15cm。表面灰黄色或黄白色,其上偶见不明显的细小疣状突起。质脆,易折断,断面平坦,类白色或黄白色,形成层环纹棕黄色,皮部有黄棕色的点状树脂道,习称“白直须”。须根常成团状。表面灰黄色,有细小疣状突起,习称“白弯须”。气微香而特异,味微苦、微甘。

【鉴别】 (1)本品粉末淡黄白色或黄白色。树脂道碎片易见,含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径 20~68 μ m,棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形,壁细波状弯曲。导管直径 10~56 μ m。淀粉粒甚多,单粒类球形、半圆形或不规则多角形,直径 4~20 μ m,脐点点状或裂缝状;复粒由 2~6 分粒组成。

(2)取本品粉末 1g,加三氯甲烷 40ml,加热回流 1 小时,弃去三氯甲烷液,药渣挥干溶剂,加水 0.5ml 搅拌湿润,加水饱和的正丁醇 10ml,超声处理 30 分钟,吸取上清液加 3 倍量氨试液,摇匀,放置分层,取上层液蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取人参对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品和人参皂苷 Rg_1 对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液,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,吸取上述三种溶液各 1~2 μ l,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)10℃ 以下放置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,分别显相同颜色的斑点和荧光斑点。

【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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈为流动相 A,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rb_1 峰计算应不低于 5000。

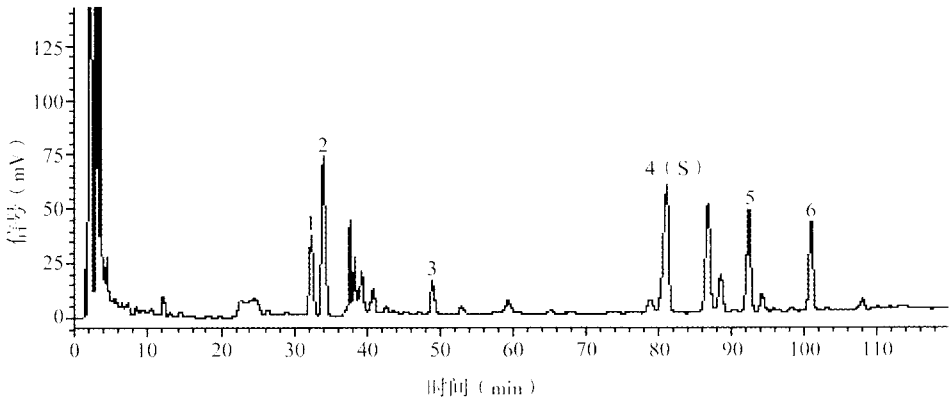
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~12	19	81
12~30	19→22	81→78
30~30.5	22→27	78→73
30.5~70	27→29	73→71
70~100	29→35	71→65
100~105	35→38	65→62
105~115	38	62
115~120	38→19	62→81

参照物溶液的制备 取人参皂苷 Rb₁ 对照品,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取〔含量测定〕项下的供试品溶液,作为供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰,以参照物峰相应的峰为 S 峰,计算其他各特征峰与 S 峰的相对保留时间,应在规定值的±10%范围之内,规定值为 0.40(峰 1)、0.42(峰 2)、0.64(峰 3)、1.17(峰 5)、1.28(峰 6)。



对照特征图谱

峰 1: 人参皂苷 Rg₁; 峰 2: 人参皂苷 Re; 峰 3: 人参皂苷 Rf; 峰 4(S): 人参皂苷 Rb₁; 峰 5: 人参皂苷 Rb₂; 峰 6: 人参皂苷 Rd

色谱柱: BDS C₁₈, 4.6mm×250mm, 5μm

【检查】 水分 不得过 15.0%(《中国药典》2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 8.0%(《中国药典》2020 年版通则 2302)。

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。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℃,再以每分钟 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 1×10^5 ,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 1μg)。

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(转速为每分钟 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(转速为每分钟 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。

【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,用稀乙醇作溶剂,不得少于 20.0%。

【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;以乙腈为流动相 A,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 R_{g1} 峰计算应不低于 6000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~35	19	81
35~55	19→29	81→71
55~70	29	71
70~100	29→40	71→60

对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品及人参皂苷 Rb_1 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg_1 0.1mg、人参皂苷 Re 0.2mg、人参皂苷 Rb_1 0.2mg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过四号筛)约 1g,精密称定,置索氏提取器中,加三氯甲烷适量,加热回流 3 小时,弃去三氯甲烷液,药渣挥干溶剂,连同滤纸筒移入 100ml 锥形瓶中,精密加入水饱和的正丁醇 50ml,密塞,放置过夜,超声处理(功率 250W,频率 50kHz)30 分钟,滤过;精密量取续滤液 25ml,蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中,加甲醇至刻度,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 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含人参皂苷 Rg_1 ($C_{42}H_{72}O_{14}$)和人参皂苷 Re($C_{48}H_{82}O_{18}$)的总量不得少于 0.50%,含人参皂苷 Rb_1 ($C_{54}H_{92}O_{23}$)不得少于 0.25%。

【性味与归经】 甘、微苦,微温。归脾、肺、心、肾经。

【功能与主治】 补脾益肺,生津养血,安神益智。用于脾虚食少,肺虚喘咳,津伤口渴,内热消渴,惊悸失眠。

【用法与用量】 3~9g。

【注意】 不宜与藜芦、五灵脂同用。

【贮藏】 置通风干燥处。