ICS 65.020.01
CCS B 38

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB 21/T XXXX—XXXX

桓仁山参粉鉴定技术规范

Technical specification for identification of powder of Huanren mountain ginseng

（报批稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

辽宁省市场监督管理局　　发 布

目　　次

前言 II
1　范围 3
2　规范性引用文件 3
3　术语和定义 3
4　技术要求 3
5　检验方法 4
6　结果判定 4
附录 A（规范性）　显微鉴别检验方法 5
附录 B（规范性）　薄层色谱鉴别检验方法 6
附录 C（规范性）　人参皂苷含量测定方法 7

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由辽宁省林业和草原局提出并归口。

本文件起草单位：沈阳药科大学、辽宁省参茸产品质量监督检验中心、龙宝参茸股份有限公司、辽宁上药好护士药业(集团)有限公司、本溪国家中成药工程技术研究中心有限公司、辽宁省经济作物研究所、辽宁恒源堂药业有限公司。

本文件主要起草人：路金才、吕重宁、王辉、刘立凤、郑继宇、孙立夫、韩凌、邵平、孙文松、武梅福。

本文件发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址：辽宁省林业和草原局(辽宁省沈阳市太原街2号)，联系电话：024-23448927。

文件起草单位通讯地址：沈阳药科大学（辽宁省沈河区文化路103号），联系电话：024-43520728。

桓仁山参粉鉴定技术规范

1 范围

本文件规定了桓仁山参粉鉴定的术语和定义、技术要求、检验方法和结果判定等要求。

本文件适用于桓仁山参粉的鉴定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水标准

《中华人民共和国药典》（2020版）一部

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

人参 ginseng radix et rhizome

五加科植物人参属多年生草本植物人参（*Panax ginseng* C. A. Mey.）的干燥根及根茎。

3.2

桓仁山参 Huanren mountain ginseng

系指产于辽宁省桓仁满族自治县，通过人为播种方式将人参籽播种在适宜的森林环境条件下，自然生长15年及以上的人参。

3.3

桓仁山参粉 powder of Huanren mountain ginseng

将桓仁山参粉碎至65目以上得到的粉末。

4 技术要求

4.1 基本要求

4.1.1 本文件中的仪器设备详见附录。

4.1.2 本文件中所用的水，色谱分析试验用水为 GB/T 6682 规定的二级水或二级以上水，在未注明其他要求时，应符合 GB/T 6682 中三级以上（含三级）水的规格。所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯（A.R.）。

4.2 质量要求

4.2.1 性状

桓仁山参粉应为香气特异，味微苦、甘的淡黄白色粉末。

4.2.2 显微特征及指标

桓仁山参粉的显微特征应符合下列要求：

a) 草酸钙簇晶棱角锐尖，数量不低于 160 个/毫克；
b) 树脂道碎片易见，含黄色块状分泌物；
c) 木栓细胞表面观类方形或多角形，壁细波状弯曲；
d) 网纹导管和梯纹导管。

4.2.3 薄层鉴别特征及指标

桓仁山参粉末样品薄层色谱图中，在与人参对照药材色谱和人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rf对照品及人参皂苷Rg_1对照品色谱相应位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

4.2.4 人参皂苷含量及组分特征指标

桓仁山参粉的人参皂苷含量及组分特征指标应符合表1的要求（按照干燥品计算）。

表 1 桓仁山参粉人参皂苷含量指标

序号	项目		指标
1	人参皂苷含量（%）	Rg_1+Re	≥0.46
		Rb_1	≥0.6
2	人参皂苷含量组分特征	Rb_1/Ro	≥2.2

5 检验方法

5.1 取样

待检验样品逐批取样，每一批按随机方法使用采样器（探子）抽取样品，每次取样量不得少于检验所需用量的3倍，其中1/3供分析检测用，1/3供复核用，其余1/3留样保存。

5.2 性状鉴别

在自然光线下，将待测样品放置白色搪瓷盘中，在室内自然光线下，无阳光直射处观察，并通过鼻、口等感觉器官，对待测样品的形、色、气、味进行评价。

5.3 显微鉴别

按附录A描述的方法执行。

5.4 薄层鉴别

按附录B描述的方法执行。

5.5 人参皂苷含量测定

按附录C描述的方法执行。

6 结果判定

待检验样品全部符合 4.2.1、4.2.2、4.2.3、4.2.4 项规定的，判定为桓仁山参粉。

附　录　A
（规范性）
显微鉴别检验方法

A.1　原理

显微鉴别法系指用显微镜对药材（饮片）切片、粉末、解离组织或表面制片及含饮片粉末的制剂中饮片的组织、细胞或内含物等特征进行鉴别的一种方法。

A.2　仪器

光学显微镜

A.3　试剂

水合氯醛、丙三醇（甘油）

A.4　其他材料

载玻片、盖玻片、解剖针、酒精灯

A.5　溶液配制

水合氯醛溶液的配制：取水合氯醛50g，加蒸馏水15ml与甘油10ml，使溶解，即得。

稀甘油溶液的配制：取甘油33ml，加蒸馏水100ml，即得。

A.6　镜检

精密称取待检验样品20 mg，加入水合氯醛溶液1 mL轻摇混匀，精密量取0.020 mL上述混悬液置载玻片上，酒精灯加热透化，再加 0.010 mL水合氯醛溶液透化，滴加 0.015 mL 稀甘油溶液装片于显微镜下观察其显微特征，同时观察面积 18 mm × 18 mm（3.24 cm2 ），并以草酸钙簇晶为显微特征物计数。

附 录 B
（规范性）
薄层色谱鉴别检验方法

B.1 原理

薄层色谱法系将供试品溶液点于薄层板上，在展开容器内用展开剂展开，使供试品所含成分分离，所得色谱图与适宜的标准物质按同法所得的色谱图对比，用于鉴别、检查或含量测定。

B.2 仪器

硅胶G薄层板、点样器、展开缸、玻璃喷雾瓶、紫外灯、干燥箱。

B.3 试剂

三氯甲烷、正丁醇、浓氨溶液、甲醇、乙酸乙酯、浓硫酸、乙醇。

B.4 其他材料

人参粉、人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rf 对照品及人参皂苷Rg_1对照品。

B.5 操作方法

B.5.1 待检验样品溶液的制备

取待检验样品粉末0.5 g，加石油醚20 mL，加热回流1 h，弃去石油醚液，药渣挥干溶剂，加水饱和正丁醇10 mL，超声处理30 min，吸取上清液6 mL，加18 mL氨试液，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，残渣加甲醇1 mL溶解，即得待检验样品溶液。

B.5.2 对照药材溶液的制备

取对照人参药材0.5 g，按“待检验样品溶液的制备”方法制成对照药材溶液。

B.5.3 对照品溶液的制备

取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rf对照品及人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。

B.5.4 点样与展开

吸取上述三种溶液各1μl～2μl，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，待检测。

B.5.5 展色与检视

晾干的薄层板喷以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（254nm）下检视。

附 录 C
（规范性）
人参皂苷含量测定方法

C.1 原理

高效液相色谱法系采用高压输液泵，将规定的流动相泵入装有填充剂的色谱柱，对供试品进行分离测定的色谱方法。注入的供试品，由流动相带入色谱柱内，各组分在柱内被分离，并进入检测器检测，由积分仪或数据处理系统记录和处理色谱信号。

C.2 仪器

高效液相色谱仪、超声提取器、万分之一天平、十万分之一天平。

C.3 试剂

色谱甲醇、色谱乙腈、分析纯磷酸。

C.4 其他材料

人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品及人参皂苷 Ro 对照品。

C.5 色谱参考条件

十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱（250 × 4.6 mm，5 μm）；流动相：乙腈（A）－0.1%磷酸水（B）；检测波长：203 nm；进样量：10 μL；流速：1.3 ml/min；梯度洗脱程序见表C.1。理论塔板数按Re计算不低于6000，人参皂苷Rb1与R0分离度不低于1.5，计算方法见C.6.4。

表 B.1 梯度洗脱程序

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	19	81
10	19	81
30	30	70
50	30	70
65	37	63

C.6 操作方法

C.6.1 对照品溶液的制备

精密称取人参皂苷Rg_1、Re、Rb_1、Ro对照品适量，加甲醇制成每1 mL各含0.2 mg的混合溶液，摇匀，作为对照品溶液。

C.6.2 待检验样品溶液的制备

取待检验样品约0.5 g，精密称定，置于具塞锥形瓶中，加入10 mL 70%的甲醇，称重，超声（功率250W，频率50kHz）提取30 min，冷却至室温后，用70%的甲醇补足减失重量，滤过，取续滤液，作为待检验样品溶液。

C.6.3 测定

分别精密吸取对照品溶液与待检验样品溶液10 μL，注入液相色谱仪，测定,外标一点法计算待检验样品中人参皂苷Rg_1、Re、Rb_1、Ro的含量。

C.6.4 计算公式

C.6.4.1 理论塔板数：

$$n = 16\left(\frac{t_R}{W}\right)^2 \text{或} n = 5.54\left(\frac{t_R}{W_{h/2}}\right)^2 \quad \cdots\cdots (C.1)$$

式中：

n ——理论塔板数

t_R ——色谱峰的保留时间，单位为分钟（min）或长度（cm）；

W ——色谱峰的峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；

$W_{h/2}$ ——色谱峰的半高峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；

计算时保留时间与峰宽或保留时间与半高峰宽单位需保持一致。

C.6.4.2 分离度：

$$R = \frac{2\times\left(t_{R_2}-t_{R_1}\right)}{W_1+W_2} \text{或} R = \frac{2\times\left(t_{R_2}-t_{R_1}\right)}{1.70\times\left(W_{1,\frac{h}{2}}+W_{2,\frac{h}{2}}\right)} \quad \cdots\cdots (C.2)$$

式中：

R ——分离度；

t_{R_2} ——相邻两色谱峰中后一峰的保留时间，单位为分钟（min）或长度（cm）；

t_{R_1} ——相邻两色谱峰中前一峰的保留时间，单位为分钟（min）或长度（cm）； W_2——相邻两色谱峰中后一峰的峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；

W_1 ——相邻两色谱峰中前一峰的峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；

$W_{2,\frac{h}{2}}$ ——相邻两色谱峰中后一峰的半高峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；

$W_{1,\frac{h}{2}}$ ——相邻两色谱峰中前一峰的半高峰宽，单位为分钟（min）或长度（cm）；见下图C.1。

计算时t_{R_2}、t_{R_1}、W_2与W_1或t_{R_2}、t_{R_1}、$W_{2,\frac{h}{2}}$与$W_{1,\frac{h}{2}}$单位需保持一致。

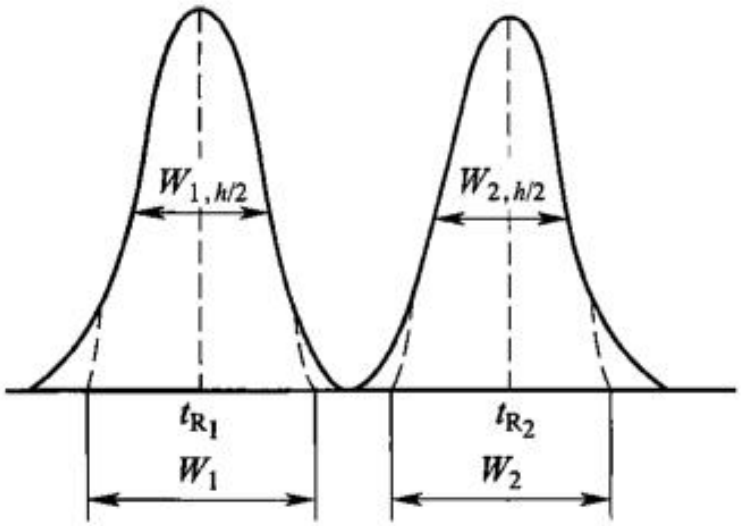

图 B.1 分离度参数示意图