

ICS 11.120.01

C 23



团 体 标 准

T/CACM XXXX.XX—2021

中药破壁饮片 西洋参

Ultrafine Granular Powder of Chinese Materia Medica

Panacis Quinquefolii Radix

(公示稿)

2021-XX-XX 发布

2021-XX-XX 实施

中华中医药学会 发布

目 次

前 言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原料	1
5 制法	2
6 质量要求	2
6.1 性状	2
6.2 鉴别	2
6.3 检查	2
6.4 浸出物	3
6.5 含量测定	3
7 取样	3
8 试验方法	3
8.1 性状	3
8.2 鉴别	3
8.3 检查	4
8.4 浸出物	4
8.5 含量测定	4
9 包装和贮藏	4
附录 A	6
附录 B	7
附录 C	9

前 言

本标准按 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》给出的规则起草。

本标准由中山市中智药业集团有限公司（国家中医药管理局中药破壁饮片技术与应用重点研究室）提出。

本标准由中华中医药学会归口。

本标准起草单位：中山市中智药业集团有限公司（国家中医药管理局中药破壁饮片技术与应用重点研究室）、中山市中智中药饮片有限公司、中国科学院上海药物研究所、中药质量研究国家重点实验室（澳门科技大学）、广州中医药大学中药资源科学与工程研究中心、集安市吉聚参业有限公司、河南省永顺行贸易有限公司。

本标准主要起草人：成金乐、果德安、刘良、詹若挺、陈炜璇、邓雯、彭丽华、陈勇军、马宏亮、张前亮、乔卫林、徐吉银、张珩瑞、刘小魏。

中药破壁饮片 西洋参

1 范围

本标准规定了中药破壁饮片西洋参的术语和定义、原料、制法、质量要求、取样、试验方法、包装和贮藏等要求。

本标准适用于以西洋参饮片为原料,经破壁粉碎、制粒、分装等工序加工的西洋参破壁饮片在生产、检验、销售和使用过程中的质量控制。

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。

中华人民共和国药典

GB/T 6543-2008 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱

GB/T 18798.1-2017 固态速溶茶 第1部分:取样

WM/T 2-2004 药用植物及制剂外经贸绿色行业标准

YBB00172002-2015 聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜、袋

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

中药破壁饮片 ultrafine granular powder of Chinese materia medica

将符合法定标准要求并具有细胞结构的中药饮片,经现代粉碎技术加工至 $D_{90} < 45\mu\text{m}$ (可通过 300 目以上)的粉体,加水或不同浓度的乙醇粘成型,制成的 30-100 目的均匀干燥颗粒。

3.2

西洋参 panacis quinquefolii radix

五加科植物西洋参 *Panax quinquefolium* L.的干燥根,均系栽培品,秋季采挖,经洗净,晒干或低温干燥,制成的药材。

3.3

西洋参饮片 decoction pieces of panacis quinquefolii radix

将西洋参去芦,润透,切薄片,干燥或用时捣碎,制成的饮片。

3.4

西洋参破壁饮片 ultrafine granular powder of panacis quinquefolii radix

将西洋参饮片经现代粉碎技术加工至 $D_{90} < 45\mu\text{m}$ (可通过 300 目以上)的粉体,加入适宜浓度的乙醇粘成型,制成的 30-100 目的均匀干燥颗粒。

3.5

D_{90}

累计分布百分数达到 90%时所对应的粒径值。

4 原料

符合《中华人民共和国药典》质量要求的西洋参饮片。

5 制法

取西洋参饮片，粉碎成细粉，将细粉超微粉碎成粒径 $D_{90} < 45\mu\text{m}$ （300目以上）的破壁粉，混匀，加入适宜浓度的乙醇，制粒，干燥。

6 质量要求

6.1 性状

黄白色至黄褐色的干燥颗粒；气微香而特异，味微苦、甘。

6.2 鉴别

6.2.1 薄层色谱

以西洋参对照药材和人参皂苷 R_{b1} 对照品、人参皂苷 R_e 对照品、人参皂苷 R_{g1} 对照品、拟人参皂苷 F_{11} 对照品作为对照，供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色的斑点；置紫外光灯（365nm）下检视，应显相同颜色的荧光斑点。

6.2.2 HPLC特征图谱

以西洋参对照药材为对照，供试品特征图谱中应呈现7个特征峰，其中3个峰应分别与参照物（人参皂苷 R_{g1} 对照品、人参皂苷 R_e 对照品和人参皂苷 R_{b1} 对照品）色谱峰相对应。

6.3 检查

6.3.1 人参检查

以人参对照药材为对照，供试品色谱中，不得显与对照药材完全相一致的斑点。

6.3.2 水分

应不超过7.0%。

6.3.3 总灰分

应不超过5.0%。

6.3.4 粒度

不能通过一号筛与能通过五号筛的颗粒的总和，应不超过15.0%。

6.3.5 粒径分布

颗粒超声分散后的粉体 D_{90} 应不大于 $45.0\mu\text{m}$ 。

6.3.6 农药残留量

应符合《中华人民共和国药典2020版一部》西洋参及四部通则0212的规定。

6.3.7 重金属及有害元素限量

应符合表1的规定（参照WM/T 2-2004《药用植物及制剂外经贸绿色行业标准》）。

表1 重金属及有害元素限量

项目	限量 (mg/kg)
铅	≤5.0
镉	≤0.3
砷	≤2.0
汞	≤0.2
铜	≤20.0

6.3.8 微生物限度

应符合表2的规定。

表2 微生物限度

项目	限度 (cfu/g)
需氧菌总数	3×10^3
霉菌和酵母菌总数	0.3×10^2
大肠埃希菌	不得检出
耐胆盐革兰阴性菌	<10
沙门菌	不得检出

6.3.9 黄曲霉毒素

黄曲霉毒素B1应不超过 $5\mu\text{g}/\text{kg}$ ；黄曲霉毒素G2、黄曲霉毒素G1、黄曲霉毒素B2和黄曲霉毒素B1的总量应不超过 $10\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

6.4 浸出物

用70%乙醇作溶剂，浸出物应不少于30.0%。

6.5 含量测定

本品含人参皂苷Rg₁ (C₄₂H₇₂O₁₄)、人参皂苷Re (C₄₈H₈₂O₁₈)、人参皂苷Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃)的总量应不少于2.0%。

7 取样

按GB/T 18798.1-2017《固态速溶茶 第1部分：取样》规定的方法进行取样。

8 试验方法

8.1 性状

取供试品适量置于光滑白纸上，平铺，在明亮处观察。根据样品实际的形态、色泽、气、味等进行描述。

8.2 鉴别

8.2.1 薄层色谱

按照薄层色谱法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0502）试验。（方法详见附录A）

8.2.2 HPLC 特征图谱

按照高效液相色谱法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0512）试验。（方法详见附录B）

8.3 检查

8.3.1 人参检查

按照薄层色谱法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0502）试验。

8.3.2 水分

按照水分测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0832第二法）测定。

8.3.3 总灰分

按照灰分测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则2302）测定。

8.3.4 粒度

按照粒度测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0982第二法，双筛分法）测定。

8.3.5 粒径分布

取本品0.10g，加水50mL，超声处理3分钟后，摇匀将其均匀加入样品池，按照粒度和粒度分布测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0982第三法，光散射法）测定。

8.3.6 农药残留量

按照农药残留量测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则2341第一法）有机氯类农药残留量测定法（色谱法）测定。

8.3.7 重金属及有害元素

按照铅、镉、砷、汞、铜测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则2321电感耦合等离子体质谱法）测定。

8.3.8 微生物限度

按照中药饮片微生物限度检查法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则1108）检查。

8.3.9 黄曲霉毒素

按照黄曲霉毒素测定法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则2351“黄曲霉毒素测定法”第一法）测定。

8.4 浸出物

用70%乙醇作溶剂，按照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则2201）测定。

8.5 含量测定

按照高效液相色谱法（《中华人民共和国药典2020版四部》通则0512）试验。（方法详见附录C）

9 包装和贮藏

包装：内包装物应符合YBB00172002-2015 《聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜、袋》要求，外箱应符合GB/T 6543-2008《运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱》要求。

贮藏：密闭，置阴凉干燥处，防潮。

CACM标准公示稿

附录 A
(规范性附录)
西洋参破壁饮片的薄层色谱鉴别

1 供试品、对照药材溶液的制备

取本品1.0g,加甲醇25ml,加热回流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摇提取2次,每次25ml,合并正丁醇提取液,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1.0g,同法制成对照药材溶液。

2 对照品溶液的制备

取人参皂苷Rb₁对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg₁对照品、拟人参皂苷F₁₁对照品,加甲醇制成每1mL各含2mg的混合对照品溶液。

3 试验方法

按照薄层色谱法(《中华人民共和国药典2020版》四部通则0502)试验。

吸取上述溶液各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)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,分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

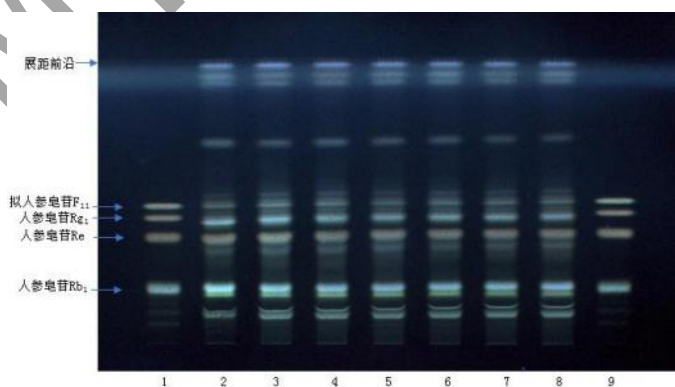
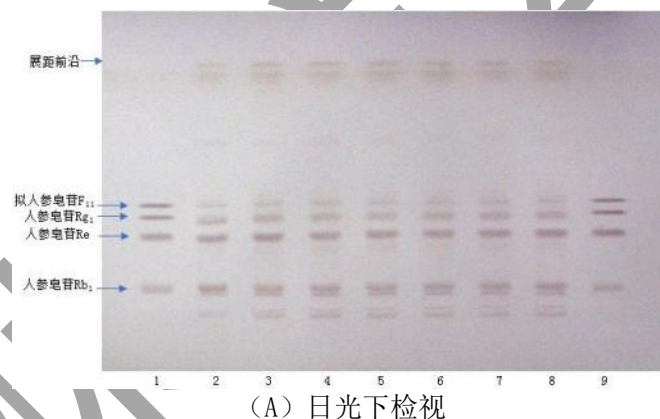


图1 西洋参破壁饮片薄层鉴别图谱

3-8号为西洋参破壁饮片样品;2号为西洋参对照药材;
1号、9号为人参皂苷Rb₁、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Re、拟人参皂苷F₁₁混合对照品。

附录 B
(规范性附录)
西洋参破壁饮片的 HPLC 特征图谱

1 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100 mm, 内径为2.1 mm, 粒径为1.7 μm); 以乙腈为流动相A, 以水为流动相B, 按下表(表1)中的规定进行梯度洗脱; 流速为0.43 mL/min; 检测波长为203 nm; 柱温为30 ℃。

表 1 洗脱梯度表

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~8	17	83
8~22	17→40	83→60
22~23	40→17	60→83
23~30	17	83

2 参照物溶液的制备

取人参皂苷 Rg₁ 对照品、人参皂苷 Re 对照品和人参皂苷 Rb₁ 对照品适量, 分别加 50% 甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg₁ 0.1mg、人参皂苷 Re 0.4mg 和人参皂苷 Rb₁ 1mg 的溶液, 即得。

3 供试品溶液的制备

取本品粉末(过三号筛)约 1g, 置具塞锥形瓶中, 加入水饱和的正丁醇 50mL, 称定重量, 置水浴中加热回流提取 1.5 小时, 放冷, 再称定重量, 用水饱和正丁醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 25mL, 置蒸发皿中, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇适量使溶解, 转移至 10mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

4 测定法

分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5μL, 注入超高效液相色谱仪, 测定, 记录色谱图, 即得。

在供试品特征图谱中应呈现 7 个特征峰, 其中 3 个峰应分别与参照物色谱峰相对应(见图 2)。

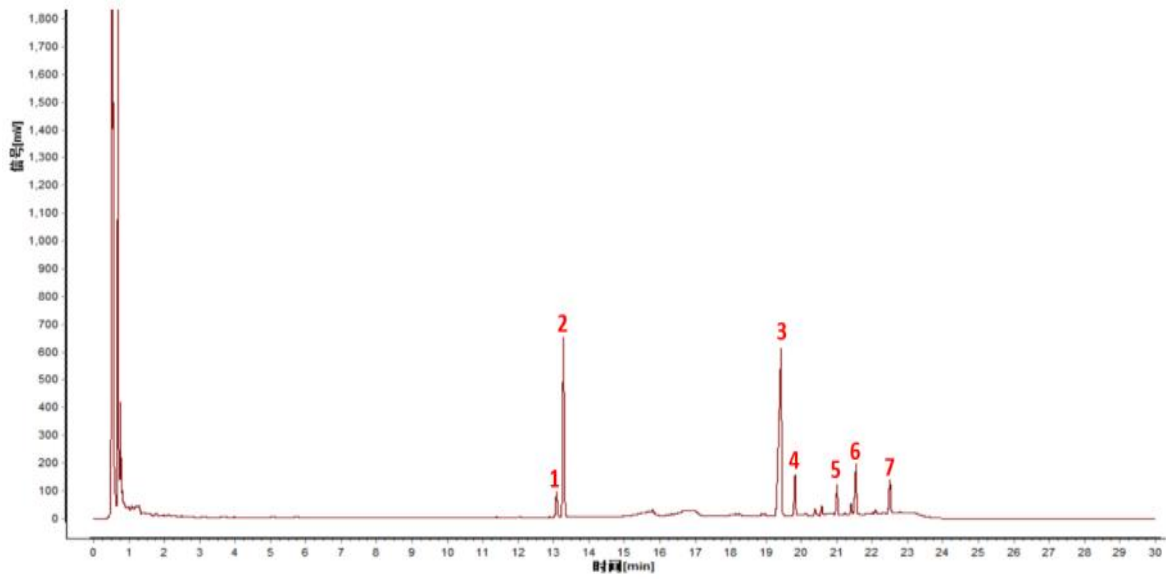


图2 供试品溶液特征图谱

1号峰（人参皂苷 Rg1）、2号峰（人参皂苷 Re）、3号峰（人参皂苷 Rb1）、4号峰（未知）、
5号峰（未知）、6号峰（未知）、7号峰（未知）

CACM标准

附录 C
(规范性附录)
西洋参破壁饮片的含量测定

1 色谱条件与系统适用性试验

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 0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行洗脱；检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rb₁ 计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	19→20	81→80
25~60	20→40	80→60
60~90	40→55	60→45
90~100	55→60	45→40

2 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，加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg₁ 0.1mg、人参皂苷 Re 0.4mg、人参皂苷 Rb₁ 1mg 的溶液，即得。

3 供试品溶液的制备

取本品粉末（过三号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水饱和正丁醇 50ml，称定重量，置水浴中加热回流提取 1.5 小时，放冷，再称定重量，用水饱和正丁醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 25ml，置蒸发皿中，蒸干，残渣加 50% 甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，再加 50% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4 测定法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。
本品含人参皂苷 Rg₁ (C₄₂H₇₂O₁₄)、人参皂苷 Re (C₄₈H₈₂O₁₈)、人参皂苷 Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃) 的总量不得少于 2.0%。