

公示稿

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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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。

其它有机氯类农药残留量 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); 63 Ni-ECD 电子捕获检测器; 进样口温度 230 $^{\circ}$ C, 检测器温度 300 $^{\circ}$ C, 不分流进样。柱温为程序升温; 初始温度 60 $^{\circ}$ C, 保持 0.3 分钟, 以每分钟 60 $^{\circ}$ C 升至 170 $^{\circ}$ C, 再以每分钟 10 $^{\circ}$ C 升至 220 $^{\circ}$ C, 保持 10 分钟, 再以每分钟 1 $^{\circ}$ C 升至 240 $^{\circ}$ C, 每分钟 15 $^{\circ}$ C 升至 280 $^{\circ}$ C, 保持 5 分钟。理论板数按 α -BHC 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 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 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 $^{\circ}$ C 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 \rightarrow 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。