

ICS 11.120.10

CCS C23

T

团标准

T/CATCM XXX - XXXX

含人参中药中拟人参皂苷 F₁₁ 的检查方法

Determination of pseudoginsenoside F₁₁ in ginseng-containing traditional Chinese medicines

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国中药协会 发布

目 次

前 言	2
1 范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
4 原理.....	3
5 试剂和材料.....	3
6 仪器.....	4
7 试样制备与储存.....	4
8 分析步骤.....	4
9 结果判定.....	5
附 录 A	6
附 录 B	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这些专利的责任。

本文件由中国中药协会提出并归口。

本方法起草单位：中国食品药品检定研究院、河北省药品医疗器械检验研究院、上海市食品药品检验研究院、广东省药品检验所、安徽省食品药品检验研究院、甘肃省食品药品检验研究院。

本方法主要起草人：何风艳，刘静，魏峰，程显隆，林永强，苏建，王晓蕾，胡青，孙健，刘潇潇，张亚中，蒲靖哲，刘东升。

含人参中药中拟人参皂苷 F₁₁ 的检查方法

1 范围

本标准规定了含人参中药中掺伪西洋参的检查方法。

本标准适用于含人参中药中拟人参皂苷F₁₁的检查。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。

凡是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》

3 术语和定义

本文件无需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的拟人参皂苷F₁₁经80%甲醇提取，用超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱法检测。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除非另有说明，所用试剂均为质谱级，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1.1 乙腈（CH₃CN，CAS号：75-05-8）。

5.1.2 甲醇（CH₃OH，CAS号：67-56-1）。

5.2 标准品

5.2.1 拟人参皂苷 F₁₁：相关信息参见附录 A，纯度≥98%。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准贮备溶液(100 mg/L)：称取拟人参皂苷F₁₁对照品10 mg，精密称定，置于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并定容即得。-20 °C避光贮存，有效期3个月。

5.3.2 参比溶液：精密量取贮备液适量，用20%乙腈稀释至适宜浓度，即得。-20 °C避光贮存，有效期1个月。

5.4 材料

5.4.1 微孔滤膜(有机相)：0.22 μm

6 仪器

6.1 超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱联用仪：配有电喷雾离子源(ESI, Electrospray Ion Ionization)

6.2 电子分析天平：感量0.1 mg和0.01 g。

7 试样制备与储存

7.1 制备

将试品研细或剪碎，粉末密封于阴凉干燥处保存。

8 分析步骤

8.1 提取

取约相当于人参0.054g的供试品，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入80%甲醇25 ml，密塞，称定重量，置80°C水浴中加热回流75分钟，取出，放冷，再称定重量，用80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液1 ml，置10 ml量瓶中，加20%乙腈稀释至刻度，摇匀，滤过，上清液经0.22 μm微孔滤膜滤至进样瓶内，用于测定。

8.2 测定

8.2.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：C₁₈柱，
- b) 流动相：A为乙腈；B为水，参考梯度洗脱程序见表1.
- c) 流速：0.35 mL/min
- d) 柱温：40 °C

e) 进样量: 1 μL

表 1 参考梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~2	20→50	80→50
2~4.5	50→80	50→20

8.2.2 质谱参考条件

- a) 电离方式: 电喷雾正离子模式。
- b) 检测方式: 多反应检测 (MRM)。
- c) 雾化气: N₂。
- d) 定性离子对、定量离子对、锥孔电压、碰撞能量见表 2。

表 2 拟人参皂苷 F₁₁ 主要质谱参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞电压 (eV)
拟人参皂苷 F ₁₁	799.5	653.4	20	30
	799.5	491.4	20	35

8.2.3 试样溶液的测定

分别吸取 1 μL 参比溶液和试样溶液，注入液相色谱-质谱联用仪中，用保留时间和定性离子定性。

8.3 判定原则

8.3.1 试样的提取离子流色谱 ($m/z 799.5 > 653.4$) 中，未同时出现拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出。

8.3.2 试样的提取离子流色谱 ($m/z 799.5 > 653.4$) 中，同时出现与拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液色谱相应的色谱峰，且试样色谱中的色谱峰面积值不大于拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液中相应的峰面积值者，视为未检出。

8.3.2 试样的提取离子流色谱 ($m/z 799.5 > 653.4$) 中，同时出现与拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液色谱相应的色谱峰，且试样色谱中的色谱峰面积值大于拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液中相应的峰面积值者，视为检出。

9 结果判定

供试品的提取离子流色谱中，不应检出与拟人参皂苷 F₁₁ 参比溶液色谱相应的色谱峰。

附录 A

(资料性)

拟人参皂苷F₁₁标准物质信息

拟人参皂苷F₁₁的中文名称、英文名称、CAS号、分子式和相对分子质量见表A.1。

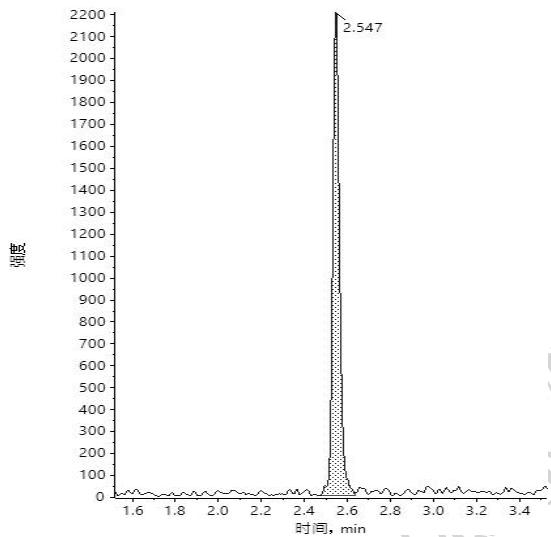
表A.1拟人参皂苷F₁₁标准物质的信息

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量
拟人参皂苷F ₁₁	Pseudoginsenoside F ₁₁	69884-00-0	C ₄₂ H ₇₂ O ₁₄	801.01

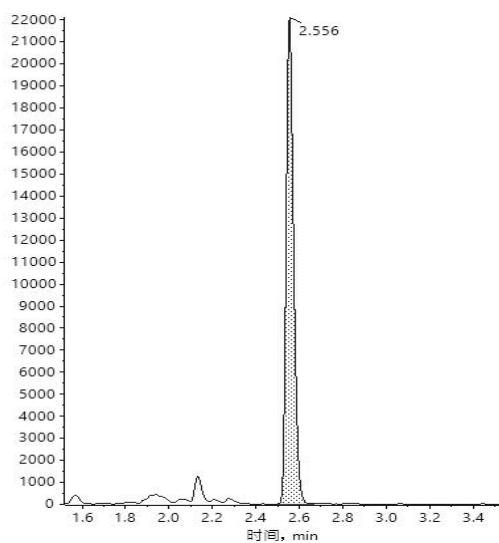
附录 B

(规范性)

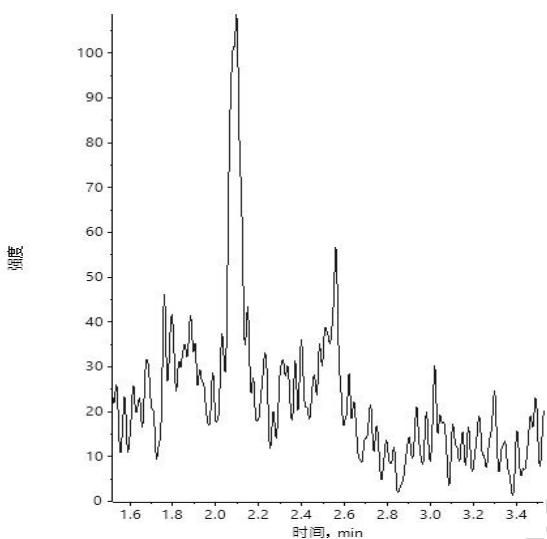
试样及标准品代表性谱图



图B.1 参比溶液代表性谱图



图B.2 阳性试样代表性谱图



图B.3 阴性试样代表性谱图