**参桂鹿茸丸中人参的含量测定方法**

**【含量测定】 人参** 照高效液相色谱-质谱法（中国药典2020年版四部通则0512和通则0431）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（100mm\*2.1mm\*1.8μm），以甲醇为流动相A，0.1%甲酸水溶液为流动相B，按下表1中的规定进行梯度洗脱；流速为0.3ml/min；柱温为25℃。采用质谱检测器，电喷雾正离子模式（ESI+），扫描方式：多反应监测（MRM）；雾化气、鞘气、干燥气、碰撞气均为高纯氮气；雾化器压力：45 psi；干燥气流速：6L/min；干燥气温度：350℃；鞘气流速：12L/min；鞘气温度：350℃；喷雾电压：500 v；毛细管电压：3500 v；质谱参数见表2人参皂苷Re、Rg1、Rb1对照品质谱检出参数。

表1 流动相梯度洗脱表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 30 | 70 |
| 16 | 85 | 15 |
| 16.1 | 95 | 5 |
| 18.0 | 95 | 5 |

表2 人参皂苷Re、Rg1、Rb1对照品质谱检测参数（\*离子为定量离子）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 对照品 | Precursor ion | Product ion | Fragmentor（v） | CE（v） |
|
| 人参皂苷Re | 969.6 | 203.0\* | 255 | 56 |
| 969.6 | 349.5 | 255 | 64 |
| 人参皂苷Rg1 | 824.0 | 202.9\* | 220 | 44 |
| 824.0 | 643.5 | 220 | 40 |
| 人参皂苷Rb1 | 1131.6 | 365.0\* | 185 | 64 |
| 1131.6 | 790.0 | 185 | 40 |

**对照品溶液的制备** 取人参皂苷Re、Rg1、Rb1对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，精密量取适量，用80%甲醇稀释制成1ml含100ng的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品水蜜丸适量，研细，取约1.8g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸或装量差异项下的小蜜丸适量，剪碎，混匀，取约2.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入80%甲醇60ml，密塞，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）75分钟，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1ml，置20ml量瓶中，加80%稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液与各2μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

本品含人参以人参皂苷Rg1（C42H72O14）和人参皂苷Re（C48H82O18）的总量以及人参皂苷Rb1（C54H92O23）计，水蜜丸每1g含人参以人参皂苷Rg1和人参皂苷Re的总量不得少于16.2µg，人参皂苷Rb1不得少于10.8µg；大蜜丸每lg含人参以人参皂苷Rg1和人参皂苷Re的总量不得少于10.6µg，人参皂苷Rb1不得少于7.1µg；小蜜丸每lg含人参以人参皂苷Rg1和人参皂苷Re的总量不得少于10.6µg，人参皂苷Rb1不得少于7.1µg﹝规格（1）﹞，不得少于11.6µg和7.7µg﹝规格（2）﹞。

**注：**【制法】 以上三十九味，白术、陈皮、木香、砂仁、沉香、当归、川芎、肉桂八味粉碎成粗粉，其余人参等三十一味加等量黄酒装罐蒸24小时，与上述粗粉掺匀，干燥，粉碎成细粉，过筛，混匀，每100g粉末加炼蜜50～60g及适量的水，制成水蜜丸，干燥，即得；或每100g粉末加炼蜜130～140g制成小蜜丸，即得﹝规格(1)﹞或大蜜丸，即得；或每100g粉末加炼蜜110～120g制成小蜜丸,即得﹝规格(2)﹞。