

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220162

励元牌百合西洋参甘草片

【原料】 百合提取物、西洋参提取物、甘草提取物、罗汉果提取物

【辅料】 玉米淀粉、羧甲淀粉钠、胃溶型薄膜包衣预混剂（二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素）、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 药用塑料瓶应符合YBB00122002的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈无色透明，片芯呈黄褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，色泽均匀，硬度适宜
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
------------	------	--------------

【微生物指标】应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数, CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥9.5	1 粗多糖的测定
总皂甙（以人参皂甙Re计），g/100g	≥3.0	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：按《保健食品功效成分检测方法》（王光亚编）中“粗多糖的测定方法”进行测定。

1.2 仪器

- 1.2.1 离心机。
- 1.2.2 离心瓶或离心管。
- 1.2.3 分光光度计。
- 1.2.4 水浴锅。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

1.3.1 葡萄糖标准液：准确称取1.0000g经过98~100℃干燥至恒重的分析纯葡萄糖，加水溶解后以水稀释至1000mL，此溶液1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍（0.1mg/mL），现用现配。

1.3.2 0.2%蒽酮硫酸溶液：称取0.2g蒽酮置于小烧杯中，缓慢加入100mL浓硫酸（分析纯），溶解后呈黄色透明溶液，现用现配。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品提取：取20片以上片剂进行粉碎混匀，准确称取适量混匀样品，置于100mL的具塞锥形瓶中，加入50mL热水（>90℃）摇匀，在沸水浴中加热15min，冷却至60℃以下，加1.0mL 10%淀粉酶和0.5mL乙酸钠缓冲液（PH7.4），加塞，置55~60℃保温1h，中间间歇搅拌（取1滴上清液用碘液检验是否完全水解。若呈蓝色，再加淀粉酶溶液并继续保温，直至酶解液加碘液后不呈蓝色为止），加热至沸（使酶失活），然后再加入1%的葡萄糖酶在37℃温箱中，保温24h使淀粉完全酶解成葡萄糖。小心将样液转入250mL（V₁）容量瓶中，用水洗容器，并定容至刻度，过滤。精密吸取滤液15mL（V₂）加75mL无水乙醇搅拌均匀，在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，再加15mL热水（>90℃）溶解沉淀物，加75mL无水乙醇搅拌均匀后再以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液。然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至100~250mL（V₃）（使样液含糖量在0.02~0.08mg/mL），过滤，弃去初滤液即为待测液。

1.4.2 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL置于10mL比色管中，补加水至1.0mL，加入蒽酮试剂5mL充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出在流水中冷却20min后，在620nm波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸收值绘制标准曲线。

1.4.3 样品测定：准确吸取样品待测液1.0mL (V_4) (含糖20~80 μg)，按标准曲线绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品粗多糖含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m \times V_2 \times V_4} \times \frac{100}{1000}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m—样品取样量，g；

V_1 —定容体积，mL；

V_2 —移取体积，mL；

V_3 —定容体积，mL；

V_4 —移取体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂。

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re标准品。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯。

2.1.8 冰乙酸：分析纯。

2.1.9 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品0.020g，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理：取20片以上片剂进行粉碎混匀，称取适量混匀试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见2.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100 μL 放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A_1 —被测液的吸光度值；

A_2 —标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量， μg ；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。
计算结果保留二位有效数字。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 百合提取物

项 目	指 标
来源	百合 <i>Lilium brownii</i> F. E. Brown var. <i>viridulum</i> Baker的干燥肉质鳞叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经清洗、投料、提取（10倍量水煮沸提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、真空干燥（60℃，0.1MPa）、包装等主要工艺制成
收率，%	10
感官要求	淡黄色至棕黄色粉末
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥15.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25
金黄色葡萄球菌	≤0/25

2. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 <i>Panax quinquefolium</i> L. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（70%乙醇回流提取3次，第1次10倍量2h，第2、3次8倍量1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度150~160℃，出口温度80~90℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	15
感官要求	棕黄色粉末
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥15.0
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25

金黄色葡萄球菌	≤0/25
---------	-------

3. 甘草提取物

项 目	指 标
来源	甘草 <i>Glycyrrhiza uralensis</i> Fisch.、胀果甘草 <i>Glycyrrhiza inflata</i> Bat. 或光果甘草 <i>Glycyrrhiza glabra</i> L. 的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（10倍量水95℃提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度175~185℃，出口温度70~80℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	20
感官要求	棕黄色粉末
甘草酸，%	≥7.0
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 罗汉果提取物

项 目	指 标
来源	罗汉果 <i>Siraitia grosvenorii</i> (Swingle) C. Jeffrey ex A. M. Lu et Z. Y. Zhang 的干燥果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经清洗、破碎、提取（6倍量水煮沸提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、真空干燥（60℃，0.01MPa）、包装等主要工艺制成
收率，%	4
感官要求	黄色至棕黄色粉末
甜甙，%	≥5.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母菌，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25
金黄色葡萄球菌	≤0/25

5. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 羧甲基淀粉钠：应符合GB 29937《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定。

7. 胃溶型薄膜包衣预混剂（二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素）

项 目	指 标
来源	二氧化钛、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素
制法	经混合、粉碎、总混、包装等主要工艺制成
感官要求	均匀的干燥粉末，无臭；透明色
粒度，%	三号筛通过比例≥99
酸碱度	4.0~8.0

黏度, mPa·s	≤70
水分, %	≤8.0
炽灼残渣, %	≤45.0
重金属 (以Pb计), mg/kg	≤20
砷盐 (以As计), mg/kg	≤8
细菌总数, CFU/g	≤1000
霉菌及酵母, CFU/g	≤100
大肠菌群, MPN/g	不得检出

8. 硬脂酸镁: 应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
