

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220274

以岭牌人参刺五加杜仲叶胶囊

【原料】 刺五加、杜仲叶、人参（经辐照）

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、辐照灭菌（人参粉， ^{60}Co ，4kGy）、提取（刺五加、杜仲叶，12、10倍量水煎煮2次，每次1h）、过滤、浓缩、真空干燥（0.04~0.10MPa，60~80℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、装囊、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】

口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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	内容物呈灰黄色至棕黄色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形；内容物为颗粒和粉末
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
崩解时限, min	≤ 30	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分, %	≤ 13.0	GB 5009.4
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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.5	1 总皂苷的测定
紫丁香苷, g/100g	≥0.03	2 紫丁香苷的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A。

1.1.2 乙醇: 分析纯。

1.1.3 中性氧化铝: 层析用, 100-200目。

1.1.4 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.5 高氯酸: 分析纯。

1.1.6 冰乙酸: 分析纯。

1.1.7 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

1.1.8 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.010g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL容量瓶中, 即每毫升含人参皂苷Re 1.0mg。

1.2 仪器

1.2.1 紫外-可见分光光度计。

1.2.2 超声波清洗器。

1.2.3 分析天平。

1.2.4 层析柱。

1.3 样品处理

1.3.1 试样处理: 取本品20粒, 倾出内容物, 混匀, 研细, 称取约0.800g, 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。

1.3.2 柱层析: 用玻璃层析柱(内径1.5cm)作为层析管, 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, 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。

1.3.3 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℃水浴中加热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。

1.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（1.0mg/mL）100μL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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同，测定吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{C}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量；μg；

V₁—试样定容体积；mL；

V₂—试样上样体积；mL；

m：试样质量；g。

计算结果保留二位有效数字。

2 紫丁香苷的测定

2.1 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：超声提取用，分析纯。

2.2.2 甲醇：高效液相色谱用，色谱纯。

2.2.3 紫丁香苷：购自中国食品药品检定研究院。

2.2.4 紫丁香苷对照品溶液：取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含紫丁香苷约25μg的溶液，即得。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.3.2 超声波清洗器

2.3.3 分析天平

2.4 样品处理：取20粒本品内容物，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25mL，密塞，称定重量，超声处理30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.5 样品测定

2.5.1 液相色谱参考条件

2.5.1.1 色谱柱：C₁₈柱。

2.5.1.2 检测波长：265nm。

2.5.1.3 流动相：甲醇：水=20：80。

2.5.1.4 流速：1.0mL/min。

2.5.1.5 进样量：5μL。

2.5.2 测定：取对照品溶液及样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积与对照品峰面积比较定量。

2.6 结果计算

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

式中：

X—样品中紫丁香苷的含量，g/100g；

A₁—样品峰面积；

A₂—对照品峰面积；

C—对照品溶液浓度，μg/mL；

V—样品测定液体积，mL；

m—样品取样量，g。
计算结果保留三位有效数字。

【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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 刺五加：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 杜仲叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 人参（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-