

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210044

劲牌黄精肉苁蓉胶囊

【原料】 山茱萸、肉苁蓉、菟丝子、黄精、马鹿茸（经辐照）

【辅料】 乳糖、磷酸三钙、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（山茱萸、肉苁蓉，8倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h，山茱萸、肉苁蓉药渣、黄精、菟丝子，10倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、干燥（60～80℃，-0.07～-0.09MPa）、粉碎、过筛、混合、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	内容物呈浅黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	硬胶囊，完整，内容物为细小颗粒或粉末
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
蛋白质，%	≥8	GB 5009.5
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤25	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.2	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	≥0.55	1 总皂苷的测定
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥0.30	2 粗多糖的测定

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。
- 1.1.2 正丁醇: 分析纯。
- 1.1.3 乙醇: 分析纯。
- 1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。
- 1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。
- 1.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 1.1.7 高氯酸: 分析纯。
- 1.1.8 冰乙酸: 分析纯。
- 1.1.9 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。

1.2 仪器

- 1.2.1 比色计。
- 1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

- 1.3.1 试样处理: 称取1.000g左右的试样(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。
- 1.3.2 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70%乙醇25mL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1.3.1), 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用70%乙醇25mL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5%香草醛冰乙酸溶液0.2mL, 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。

1.3.4 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液(2.0mg/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

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

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—标准管中人参皂苷Re的量, μg;

V—试样稀释体积, mL;

m—试样质量, g。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 多糖经乙醇沉淀分离后, 去除其他可溶性糖及杂质的干扰, 再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 于485nm波长处比色定量。

2.2 仪器

2.2.1 离心机: 4000r/min。

2.2.2 50mL离心管或15mL具塞离心管。

2.2.3 分光光度计。

2.2.4 水浴锅。

2.2.5 漩涡混合器。

2.3 试剂

实验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

2.3.1 无水乙醇。

2.3.2 80% (v/v) 乙醇溶液。

2.3.3 葡萄糖标准液: 准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用液(0.1mg/mL)。

2.3.4 5%的苯酚溶液(w/v): 称取精制苯酚5.0g, 加水溶解并稀释至100mL, 混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

2.3.5 浓硫酸(比重1.84)。

2.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲溶液(pH6.5): 31.5mL(0.2mol/L)磷酸氢二钠与68.5mL(0.2mol/L)磷酸二氢钠混合。

2.4 样品处理

2.4.1 样品提取: 称取样品细粉2g, 精密称定, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL, 置沸水浴中加热60min, 冷却至室温后补加水至刻度(V₁), 混匀后过滤, 取50mL滤液, 置于100mL具塞锥形瓶中, 加1mL10%淀粉酶液(Sigma公司的液状淀粉酶可直接加0.1~0.2mL)和0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液, 加塞, 置55~60℃酶解1h, 再加适量的糖化酶(如葡萄糖苷酶)(约为样液体积的1%)于60℃以下再水解60min后取出(用碘液检测是否水解完全, 如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止), 于电炉上小心加热至沸(灭酶), 冷却, 定容, 过滤, 取滤液沉淀粗多糖。

2.4.2 沉淀粗多糖: 准确吸取2.4.1项下滤液5.0mL(V₂), 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀, 于4℃冰箱静置4h以上, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液, 沉淀以80%(V/V)乙醇溶液洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次。沉淀用水溶解并定容至10mL(V₃)(根据糖浓度而定)。

2.5 标准曲线的绘制: 精密吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg), 分别置于25mL比色管中, 补加水至2.0mL, 加入5%苯酚溶液1.0mL, 于漩涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于漩涡混合器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温, 用分光光度计于485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.6 样品测定: 准确吸取供试品溶液适量(V₄)(含糖0.02~0.08mg), 置于25mL比色管中, 补加水至

2.0mL, 然后按2.5项标准曲线的绘制规定的方法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量, 计算样品中粗多糖含量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4 \times 1000} \times 0.9 \times 100$$

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重量, mg;

m_2 —样品质量, g;

V_1 —样品提取液总体积, mL;

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积, mL;

V_3 —粗多糖溶液的定容体积, mL;

V_4 —测定用样品液体积, mL;

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

【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. 山茱萸: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 肉苁蓉: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 菟丝子: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 黄精: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 马鹿茸(经辐照): 应符合《中华人民共和国药典》的规定, 辐照灭菌(^{60}Co , 5kGy)。
 6. 乳糖: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 磷酸三钙: 应符合GB 25558《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸三钙》的规定。
 8. 二氧化硅: 应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。
 9. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-