

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G20210054

舜博牌壳寡糖人参胶囊

【原料】 壳寡糖、牛磺酸、黄芪提取物、人参提取物

【辅料】 糊精

【生产工艺】 本品经过筛、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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，整洁，无粘连、变形、囊壳破裂等现象，内容物为粉末
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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, %	≤4.5	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	≤0.1	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	≥6.0	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.375	2 总皂苷的测定
牛磺酸, g/100g	≥18.5	GB 5009.169

1 粗多糖的测定

1.1 原理: 多糖经乙醇沉淀后, 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, 在485nm波长下比色定量。

1.2 试剂

试验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

1.2.1 无水乙醇

1.2.2 80%(V/V)乙醇溶液。

1.2.3 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)。

1.2.4 5%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。

1.2.5 浓硫酸(比重1.84)。

1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液(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。

1.3 仪器

1.3.1 离心机: 4000r/min。

1.3.2 离心管: 50mL或具塞15mL。

1.3.3 分光光度计。

1.3.4 水浴锅。

1.3.5 旋涡混合机。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取: 称取混合均匀的固体样品1.0~2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴中加热1h(如保健食品添加的已是多糖提取物, 则加热15min), 冷却至室温后补加水至刻度(V₁), 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀粗多糖。

本样品添加了糊精, 需加糖化酶(如葡萄糖苷酶)处理。处理的原则是将这类非活性多糖的碳水化合物全部酶解成单糖或低聚糖, 再用乙醇沉淀所需要的活性多糖以达到分离的目的。

添加糊精的样品: 可取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中, 冷却至60℃以下, 加0.5mL 0.2M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(用碘液检验是否水解完全, 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。

1.4.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上滤液(或液体样品)5.0mL(V_2), 置于50mL离心管中(或2.0mL于15mL具塞离心管中), 加入无水乙醇20mL(或8mL), 混匀, 于4℃冰箱静置4h以上, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液, 残渣用80%(V/V)乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL(V_3)(根据糖浓度而定)。

1.5 标准曲线的绘制: 准确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)置于20mL比色管中, 补加水至2.0mL, 加入5%苯酚溶液1.0mL, 在旋涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10mL, 在旋涡混合器小心混匀, 置沸水浴中2min, 冷却至室温, 用分光光度计在485nm波长处以试剂空白为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标, 吸光度值纵坐标, 绘制标准曲线。

1.6 样品测定: 准确吸取上液适量(V_4)(含糖0.02~0.08mg)置于25mL比色管中, 补加水至2.0mL, 然后按1.5法测定吸光度值。从标准曲线上查处葡萄糖含量, 计算样品中粗多糖含量。

1.7 结果计算

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

式中:

- X—样品中粗多糖含量, mg/100g(mL);
- m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量, mg;
- m_2 —样品质量, g或mL;
- 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。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

- 2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。
- 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: 购自中国食品药品检定研究院。
- 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

2.3.1.1 固体试样: 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。

2.3.1.2 液体试样: 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取1.0mL试样放水浴挥干, 用水浴溶解残渣, 用此液进行柱层析。非乙醇类的液体试样: 吸取1.0mL试样(假如浓度高、或颜色深, 需稀释一定体积后再取1.0mL

L) 进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-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）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“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；

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；

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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 壳寡糖

项 目	指 标
来源	壳聚糖
制法	经酶解（纤维素酶和木瓜蛋白酶复合酶，50℃，pH 5.0~5.5，反应5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度190℃~210℃，出风温度75℃~85℃）、过筛、混料、检测、包装、入库等主要工艺制成。
感官要求	淡黄色至浅棕色固体粉末，具有本品特有气味，无肉眼可见外来杂质
pH值	5.0~7.0
含量（以氨基葡萄糖计），%	≥80
脱乙酰度，%	≥85
水分，%	≤10.0
灰分，%	≤1.0
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
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经净选、浸泡、提取（加水回流提取3次，分别10倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h）、过滤、浓缩、醇沉（3倍量95%乙醇）、干燥（60℃，-0.05Mpa）、粉碎、入库等主要工艺制成
感官要求	黄色粉末
细度，目	80
提取率，%	6.7
粗多糖(以葡萄糖计)，%	≥40.0
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经净选、破碎、提取（75%乙醇回流提取2次，分别8倍量3h，6倍量2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度150℃，排风温度80℃）、粉碎、包装、检验、入库等主要工艺制成
感官要求	黄白色粉末
细度，目	80
提取率，%	10
总皂苷(以人参皂苷Re计)，%	≥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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。