

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200442

康美牌西洋参颗粒

【原料】 西洋参

【辅料】 D-甘露糖醇

【生产工艺】 本品经提取（西洋参，加10倍量70%乙醇回流3次，每次2h，过滤，合并滤液）、浓缩、混合、制粒、干燥、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】 聚酯/铝/聚乙烯药用复合膜、袋应符合YBB00172002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	黄白色至黄色
滋味、气味	具西洋参特有的气味，味微苦
性状	颗粒干燥、无吸潮
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【鉴别】 取本品2.5g，加甲醇25mL使溶解，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材1g，加甲醇25mL，加热回流30min，滤过、滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用水洗涤2次，每次10mL，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇4mL使溶解，作为对照药材溶液。再取拟人参皂苷F11对照品、人参皂苷Rb1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg1对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》）试验，吸取上述三种溶液各2μL，分别点于同一硅胶G薄层板上。以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)5~10℃放置12h的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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
粒度	不能过一号筛与能通过五号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	5min内可全部溶化或轻微浑浊	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤6.0	GB 5009.3
灰分, %	≤5.0	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	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.05	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	≥1.0	1 总皂苷的测定
人参皂苷Rb1、Rg1和Re总量，g/100g	≥0.6	2 人参皂苷Rb1、Rg1和Re的测定

1 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

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 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
- 1.3.1.1 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。
- 1.3.1.2 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)进行柱层析。
- 1.3.2 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1.3.1), 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。
- 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 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。

2 人参皂苷Rb1、Rg1和Re的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“人参皂苷的测定”)

2.1 适用范围

本方法规定了人参含片、人参冲剂、人参茶、人参胶囊等以人参为主要原料的保健食品中人参皂苷的含量的HPLC的测定方法。

本方法适用于人参含片、人参冲剂、人参茶、人参胶囊等以人参为主要原料的保健食品中人参皂苷的含量的HPLC的测定方法。

本方法的六种皂苷的最低检出量为10mg/kg。

本方法的六种皂苷的最佳线性范围：0.1~1mg/mL。

2.2 原理：将试样中的人参皂苷溶解、提取，经净化处理后，使用梯度洗脱反相高效液相色谱进行分离，紫外检测器（UV）检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，适用于保健食品中人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd的同时定量分析。

2.3 试剂

实验用水为去离子水。

2.3.1 乙腈：色谱纯，200nm吸光度值为0.021。

2.3.2 甲醇：分析纯。

2.3.3 101大孔吸附树脂。

2.3.4 高效液相色谱流动相：梯度淋洗A液为乙腈，B液为水。

2.3.5 人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准品：含量大于98%（HPLC）。

2.3.6 人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准溶液的配制：配制人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd标准储备液，浓度分别为10mg/mL；再以此储备液配制成混合标准系列溶液，浓度范围为0.1~1mg/mL；所有标准溶液均用甲醇配制。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附紫外检测器。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.4.4 水浴锅。

2.5 分析步骤

2.5.1 固体试样处理：取片剂或胶囊内容物研成粉末，并过20目筛；精确称取该粉末样适量于50mL具塞试管中，加水50mL于超声波清洗器中超声提取30分钟，取出，待溶液恢复常温后，准确取出10mL，通过D-101大孔吸附树脂净化柱（大孔吸附树脂使用前先经甲醇浸泡，水洗，装成10cm长小柱），小柱先用10mL水冲洗，弃去水液之后，用70%甲醇25mL洗脱皂苷，收集甲醇溶液，水浴上蒸干，残渣以甲醇溶解并定容至5mL，该样液离心后过0.5μm膜，滤液进行色谱分析。

液体试样处理：取一定量的试样于水浴上蒸干，残渣以50mL水超声提取30分钟，余下步骤与2.5.1相同。

2.5.2 测定：

2.5.2.1 液相色谱参考条件

2.5.2.1.1 色谱柱：反相C₁₈柱，4.6×250mm，5μm。

2.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长203nm。

2.5.2.1.3 梯度淋洗条件：

时间（分钟）	乙腈（%）	水（%）	流速（ML/min）	梯度曲线
0	16	84	1.0	1
20	18	82	1.0	6
55	40	60	1.0	6
65	40	60	1.0	6
75	100	0	1.0	1
80	16	84	1.0	1

2.5.3.1.4 柱温：35℃。

2.5.3.2 色谱分析

2.5.3.2.1 标准曲线的制备：将混合标准系列溶液均取5μL进HPLC分析，用峰面积对浓度作各皂苷的标准

回归曲线。

2.5.3.2.2 试样测定：取5 μ L试样净化液进高效液相色谱分析，以绝对保留时间定性，用峰面积通过各皂苷的标准曲线定量计算试样中人参皂苷Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd的含量。

2.6 分析结果表述

2.6.1 计算

$$\text{试样中各人参皂苷的含量 (g/100g)} = \frac{C \times 5 \times 5 \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

C—试样溶液中各人参皂苷的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

$$\text{试样中总人参皂苷的含量 (g/100g)} = C_{\text{Re}} + C_{\text{Rg1}} + C_{\text{Rb1}} + C_{\text{Rc}} + C_{\text{Rb2}} + C_{\text{Rd}}$$

式中：

C_{Re} —试样中Re的含量，g/100g；

C_{Rg1} —试样中Rg1的含量，g/100g；

C_{Rb1} —试样中Rb1的含量，g/100g；

C_{Rc} —试样中Rc的含量，g/100g；

C_{Rb2} —试样中Rb2的含量，g/100g；

C_{Rd} —试样中Rd的含量，g/100g。

2.6.2 结果表示：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”项下颗粒剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. D-甘露糖醇：应符合卫生部《关于指定D-甘露糖醇等58个食品添加剂产品标准的公告》（2011年第8号）的规定。
