

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20200483

康美牌西洋参口服液

- 【原料】 西洋参
- 【辅料】 纯化水、白砂糖
- 【生产工艺】 本品经提取（10倍量30%乙醇回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、混合、配制、过滤、灌装、灭菌（115℃，30min）、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】 钠钙玻璃管制口服液体瓶应符合YBB00032004的规定，口服液瓶用撕拉铝盖应符合YBB00382003的规定，口服制剂用硅橡胶胶塞、垫片应符合YBB00222004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    | 浅棕黄色至棕黄色                |
| 滋味、气味 | 具本品特有的滋味、气味，无异味         |
| 性状    | 澄清透明液体，贮存期间允许有少量轻摇易散的沉淀 |
| 杂质    | 无肉眼可见的外来杂质              |

【鉴别】 薄层鉴别：取本品10mL，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，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材粉末1g，加甲醇25mL，加热回流30min，滤过，滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，同上制成对照药材溶液。再取拟人参皂苷F<sub>11</sub>对照品、人参皂苷Rg<sub>1</sub>对照品、人参皂苷Re对照品和人参皂苷Rb<sub>1</sub>对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法试验，吸取上述六种溶液各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的位置上，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         |
|----------------|---------|--------------|
| pH值            | 4.0~6.0 | 《中华人民共和国药典》  |
| 可溶性固形物，%       | ≥5.0    | GB/T 12143   |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤0.5    | GB 5009.12   |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤0.3    | GB 5009.11   |
| 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/mL  | ≤1000  | GB 4789.2          |
| 大肠菌群，MPN/mL  | ≤0.43  | GB 4789.3 “MPN计数法” |
| 霉菌和酵母，CFU/mL | ≤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），mg/100mL            | ≥190 | 1 总皂苷的测定                    |
| 人参皂苷Rb1、人参皂苷Rg1和人参皂苷Re总量，mg/100mL | ≥110 | 2 人参皂苷Rb1、人参皂苷Rg1和人参皂苷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Re 2.0mg。

## 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<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—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、人参皂苷Rg1和人参皂苷Re（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C<sub>18</sub>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5μL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

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。

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

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“口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂”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. 白砂糖：应符合GB/T 317《白砂糖》和GB 13104《食品安全国家标准 食糖》的规定。
  3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-