

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190223

生机汉方牌酸枣仁党参黄芪片

【原料】 酸枣仁、党参、黄芪、五味子

【辅料】 微晶纤维素、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（党参、黄芪，7倍量水95～100℃煎煮2次，每次1h；酸枣仁、五味子，5倍量65%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（60～80℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、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	棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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
灰分，%	≤9	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	≥0.3	1 总皂苷的测定
五味子甲素, mg/100g	≥16	2 五味子甲素的测定

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；

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。

2 五味子甲素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定”）

2.1 范围

本方法规定了以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定方法。

本方法适用于以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定。

本方法的检测限分别为五味子醇甲0.02μg，五味子甲素 0.03μg，五味子乙素0.02μg。

本方法的最佳线性范围为0.2~10μg。

2.2 原理：将试样中的木脂素提取后，使用等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，适用于以北五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素定量分析。

2.3 试剂

2.3.1 水为双重蒸馏水

2.3.2 甲醇：色谱纯。

2.3.3 高效液相色谱流动相：等度淋洗。

2.3.4 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准品：含量均大于98%（HPLC）。

2.3.5 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准溶液的配制：配制五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准储备液，浓度分别为3mg/mL，再以此储备液配制成混合标准系列溶液，浓度范围为0.02~1mg/mL；所有标准溶

液均用甲醇配制。

2.4 仪器

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。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：精密称取粉碎后的五味子0.25g，置20mL具塞锥形瓶中，加入甲醇约18mL，超声提取20分钟，取出，静置待冷，加甲醇至刻度。试样溶液过0.45μm油膜，滤液进行色谱分析。

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，5μm，100Å，4.6×250mm。

2.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长254nm

2.5.2.1.3 等度淋洗条件：甲醇/水=77/23（v/v），流速：1mL/min

2.5.2.1.4 柱温：35℃

2.5.2.2 色谱分析

2.5.2.2.1 标准曲线的制备：将标准混合系列溶液均取10μL进HPLC分析，用峰面积对浓度计算五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准回归曲线。

2.5.3.2.2 试样测定：取10μL试样净化液进行高效液相色谱分析，以绝对保留时间定性，用峰面积通过五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准曲线定量计算试样中的含量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$\text{试样中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量 (mg/100g)} = \frac{C \times 20 \times 100}{m}$$

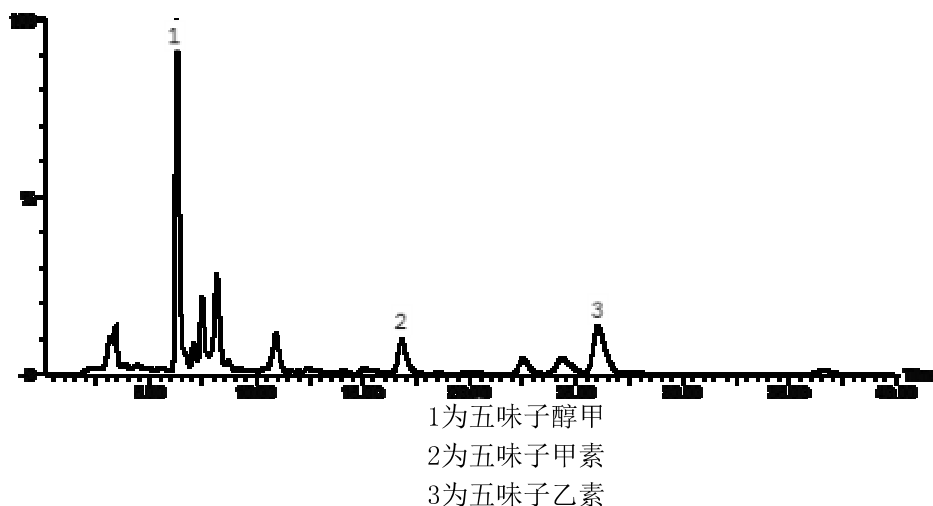
式中：

C—试样溶液中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

2.6.2 结果表示：分析结果保留三位有效数字。

2.7 色谱图



【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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

酸枣仁、党参、黄芪、五味子、微晶纤维素、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
