

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190495

德瑞和元牌蜂王浆人参灵芝胶囊

【原料】 黄芪、灵芝、枸杞子、黄精、蜂王浆冻干粉、人参、三七

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（人参、三七，⁶⁰Co，5K Gy）、提取（黄芪、灵芝、黄精、枸杞子合并，加10倍水浸泡60min后煎煮2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（-0.07~-0.08MPa，60~70℃）、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	内容物呈褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘黏、变形和破裂；内容物为粉末
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤7.5	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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
10-羟基-2-癸烯酸，g/100g	≥0.8	1 10-羟基-2-癸烯酸的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.85	2 总皂苷的测定

1 10-羟基-2-癸烯酸的测定

1.1 仪器

1.1.1 高效液相色谱仪：BIO—ROD700，UV1706多波长紫外检测器。

1.1.2 超声振荡器。

1.1.3 微孔过滤器：滤膜0.45μm。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 水：二次蒸馏水，经Milli-Q超纯处理。

1.2.3 二氯甲烷：分析纯。

1.2.4 磷酸：优级纯。

1.2.5 10-羟基-2-癸烯酸（10-HAD）：中国食品药品检定研究院。

1.2.6 30%氢氧化钠。

1.2.7 1mol/L盐酸。

1.2.8 标准溶液：准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含本品为0.5mg。

1.3 样品处理：含蜂王浆的冻干粉胶囊制品（固体样品）：准确称取2~3g样品于25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：Hypersil ODS2，4.6×200mm，5μm。

1.4.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2。

1.4.3 检测器波长及灵敏度：210nm，0.001。

1.4.4 流速：1mL/min。

1.4.5 进样量：10~20μL。

1.5 标准曲线的绘制：分别准确吸取储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度使10-HAD浓度为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入HPLC中，以10-HAD峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标绘制标准曲线图。

1.6 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45μm）精滤后，取10~20μL于HPLC进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上或通过线性回归方程得出相应的10-HAD的质量。

1.7 结果计算

$$X = (m_1 \times n \times 100) / (m \times 1000000)$$

式中：

X—样品10-羟基-2-癸烯酸（10-HAD）含量，%；

m₁—由标准曲线上查得的相应的10-HAD质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品的质量，g； 1000000—μg与g的换算。

2 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））

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）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：

$$X = (A_1 \times C \times V \times 100 \times 1) / (A_2 \times m \times 1000 \times 1000)$$

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. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：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. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。
 6. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 三七：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-