

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G20160380

东宁牌参芪蜂胶胶囊

- 【原料】 人参、蜂胶、吡啶甲酸铬、黄芪、桑叶、山药、枸杞子、玉竹、女贞子
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经提取（黄芪、桑叶、山药、枸杞子、玉竹、女贞子加8倍量75%乙醇80℃浸提3次，每次2h）、浓缩、真空干燥（75～80℃，水分<5%）、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】 聚氯乙烯固体硬片应符合YBB00212005的规定。药用铝箔应符合YBB00152002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	内容物呈黄褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的气味，无异味
状态	硬胶囊，完整、无破损，不得粘结、变形；内容物为粉末；无肉眼可见外来杂质

- 【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，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤20	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.40	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
吡啶甲酸铬, mg/100g	69.69~116.15	1 吡啶甲酸铬的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, mg/100g	≥4360	2 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）, mg/100g	≥372	3 粗多糖的测定

1 吡啶甲酸铬的测定（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 甲醇：优级纯。

1.1.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

1.1.3 吡啶甲酸铬标准溶液：准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g，加入甲醇：水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100μg吡啶甲酸铬。

1.2 仪器设备

1.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.2.2 超声波清洗器。

1.2.3 离心机。

1.3 试样处理：取20粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀，准确称取一定量试样于刻度试管中，加入甲醇：水=1:1并定容至20.0mL，超声提取5min后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后，备用。

1.4 液相色谱参考条件

1.4.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

1.4.2 柱温：室温。

1.4.3 紫外检测器：检测波长254nm。

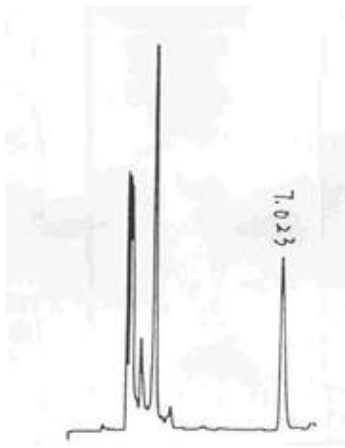
1.4.4 流动相：0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液：乙腈=425:75。

1.4.5 流速：0.5mL/min。

1.4.6 进样量：10μL。

1.5 色谱分析：量取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

1.6 色谱图



在上述色谱条件下, 吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

1.7 标准曲线制备: 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100 μ g/mL吡啶甲酸铬标准溶液, 在给定的仪器条件下进行液相色谱分析, 以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.8 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中:

X—试样中吡啶甲酸铬的含量, mg/g;

h_1 —试样峰高或峰面积;

C—标准溶液浓度, μ g/mL;

V—试样定容体积, mL;

h_2 —标准溶液峰高或峰面积;

m—试样量, g。

结果表示: 检测结果保留三位有效数字。

1.9 技术参数

1.9.1 准确度: 方法的回收率在91.5%~98.4%之间

1.9.2 允许差: 平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

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25mL 70%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0.2mL 5%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。

3 粗多糖的测定

3.1 仪器

3.1.1 分光光度计。

3.1.2 离心机：3000r/min。

3.1.3 旋转混匀器。

3.2 试剂

除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

3.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

3.2.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

3.2.3 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

3.2.4 铜试剂储备液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

3.2.5 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

3.2.6 苯酚溶液（50g/L）：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。

3.2.7 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

3.2.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量5×10⁵、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

3.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

3.3 样品处理

3.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

3.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取3.3.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

3.3.3 沉淀葡聚糖：精密取3.1.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用10%（v/v）

硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

3.4 标准曲线的绘制：准确移取葡聚糖标准溶液0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50、0.60mL，分置于具塞试管中，加蒸馏水补充至体积2.00mL，再加苯酚溶液1.00mL，摇匀，依次加入浓硫酸5.00mL，摇匀，置沸水浴2min，取出置室温，于波长485nm处测定吸光度值。以含糖量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

3.5 样品测定：准确吸取供试品溶液2.00mL，置于25mL比色管中，加入苯酚溶液1.00mL，摇匀，小心加入浓硫酸10.00mL，摇匀，置沸水浴2min，取出置室温，于波长485nm处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

3.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6} \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡聚糖计），mg/100g；

m₁—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m₂—样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m₃—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用样品测定液体积，mL。

【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. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 蜂胶：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

3. 吡啶甲酸铬：

项 目	指 标
来源	甲基吡啶，三价铬
制法	甲基吡啶氧化成吡啶酸，再与三价铬化合物结合而成。
感官要求	紫红色结晶性小粉末，流动性好，常温下稳定，微溶于水，不溶于乙醇
分子式	C ₁₈ H ₁₂ N ₃ O ₆ Cr
分子量	418.31
含量（以C ₁₈ H ₁₂ N ₃ O ₆ Cr干基计），%	98.0~102.0
包装和储存	保存在密封容器中
鉴别	应符合要求
水分，%	≤4.0
氯化物，%	≤0.06
硫酸盐，%	≤0.2
六价铬（Cr ⁶⁺ ）	不得检出
铅（以Pb计），%	≤0.005
总砷（以As计），%	≤0.0005
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

4. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 桑叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 山药：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 枸杞子: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 玉竹: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 9. 贞子: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 10. 明胶空心胶囊: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-