

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G20160444

润馨堂牌人参芪杞胶囊

【原料】 黄芪、山茱萸、枸杞子、绞股蓝、人参

【辅料】

无

【生产工艺】

本品经干燥、粉碎、过筛、辐照灭菌（<sup>60</sup>Co，5KGy）、提取（8倍量水100℃提取2次，每次2h；8倍量70%乙醇75～80℃提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、混合、制粒、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	内容物呈棕色至棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具有中药气味，微苦，无异味
状态	硬胶囊，完整光洁，无粘结、不破损，内容物为颗粒；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	GB 5009.3
灰分，%	≤15	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	≤0.1	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
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	≥0.8	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.4	2 粗多糖的测定

## 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<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 粗多糖的测定

2.1 原理: 样品溶液中粗多糖经80%乙醇沉淀, 粗多糖在硫酸作用下, 先分解成单糖, 并迅速脱水成糖醛衍生物, 与苯酚反应生成橙黄色溶液, 在485nm波长处呈有特征吸收, 与标准曲线比较计算含量。

### 2.2 试剂

除特殊注明外, 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。

2.2.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 铜储备溶液: 称取3.0g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O、30.0g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀, 备用。

2.2.4 铜试剂溶液: 取铜储备溶液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。

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

2.2.6 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。

2.2.7 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。

2.2.8 葡萄糖标准储备液: 准确称取已干燥至恒重的无水葡萄糖标准品0.5000g, 加水溶解并定容至50mL, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖10.0mg。

2.2.9 葡萄糖标准使用液: 吸取葡萄糖标准储备液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1mL含葡萄糖0.10mg。

### 2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 离心机: 3000r/min

2.3.3 旋转混匀器

2.4 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg)分别置于25mL比色管中, 准确补充水至2.0mL, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋转混匀器上混匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋转混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却后用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

### 2.5 样品处理

2.5.1 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。

2.5.2 沉淀粗多糖: 准确吸取2.5.1项终滤液5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混合5min

后,以3000r/min离心5min,弃去上清液,残渣用80% (V/V) 乙醇溶液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL,混匀后,供沉淀葡萄糖。

**2.5.3 沉淀葡萄糖:**准确吸取2.5.2项终溶液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。残渣用洗涤液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复操作3次。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。

**2.6 样品的测定:**准确吸取样品测定液2.0mL,置于25mL比色管中,加入50g/L苯酚溶液1.0mL,在旋转混匀器上混匀,小心加入浓硫酸10.0mL,于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸2min,冷却至室温,用分光光度计在485nm波长处,以试剂空白溶液为参比,1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量,计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

## 2.7 结果计算

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

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计), mg/g;

$m_1$ —样品测定液中葡聚糖的质量, mg;

$m_2$ —样品空白液中葡聚糖的质量, mg;

$m_3$ —样品质量, g;

$V_1$ —样品提取液总体积, mL;

$V_2$ —沉淀粗多糖所用样品提取液体积, mL;

$V_3$ —粗多糖溶液体积, mL;

$V_4$ —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积, mL;

$V_5$ —样品测定液总体积, mL;

$V_6$ —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. 黄芪、山茱萸、枸杞子、人参:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 绞股蓝:应符合《广西中药材标准》(第二册)的规定。

3. 明胶空心胶囊:应符合《中华人民共和国药典》的规定。