

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G20110107

熹熹牌黄芪巴戟天胶囊

【原料】 人参提取物、黄芪提取物、淫羊藿提取物、巴戟天提取物

【辅料】

淀粉

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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	内容物呈黄棕色至棕色
滋味、气味	味苦、涩，应无异臭
性状	硬胶囊，应完整光洁，无粘结、变形、破裂等现象；内容物为颗粒和粉末
杂质	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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	盐酸溶液（9→1000）中2h内不得崩解，人工肠液中1h内应完全崩解	《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
志贺氏菌	不得检出	GB 4789.5
β型溶血性链球菌	不得检出	GB 4789.11

【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
人参皂苷(以人参皂苷Rg ₁ 和人参皂苷Re计), g/100g	≥1.05	1 人参皂苷的测定
淫羊藿苷, g/100g	≥1.02	2 淫羊藿苷的测定

1 人参皂苷的测定

1.1 原理: 将样品内容物用甲醇提取, 经正丁醇萃取后, 用高效液相色谱法测定。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇: 分析纯。

1.2.2 正丁醇: 分析纯。

1.2.3 氨水: 分析纯。

1.2.4 乙腈: 色谱纯。

1.2.5 双蒸水。

1.2.6 人参皂苷Rg、人参皂苷Re对照品: 购自中国食品药品检定研究院。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪。

1.3.2 超声波清洗器。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

1.4.2 流动相: 乙腈-水=110:390。

1.4.3 检测波长: 203nm。

1.4.4 理论板数: 按人参皂苷Re峰算不低于4500。

1.5 对照品溶液的制备: 精密称取人参皂苷Rg₁、Re对照品适量, 加甲醇溶解制成每1mL含0.1mg和0.15mg

的溶液，即得。

1.6 供试品溶液的制备：取本品内容物，研细，取0.6g，精密称定，置具塞三角瓶中，精密加入甲醇25mL，称定重量，超声处理30min（功率250W，频率33kHz），放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液10mL，蒸干，残渣加饱和氯化钠溶液15mL分次溶解，移至分液漏斗中，用水饱和的正丁醇振摇提取4次（15、15、15、10mL），合并正丁醇液，用正丁醇饱和的氨试液洗涤3次，每次20mL，弃去氨液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇使溶解并转移至10mL容量瓶中，加甲醇定容至刻度。摇匀，滤过，取续滤液，即得。

1.7 测定：分别精密吸取对照品溶液10 μ L与供试品溶液各10~20 μ L，注入液相色谱仪，测定，计算，即得。

1.8 结果计算

$$\text{样品中人参皂苷Rg}_1\text{的含量 (g/100g)} = \frac{C_R \times A_x}{A_R \times m_x} \times 25 \times 100$$

式中：

A_R —对照品的峰面积；

A_x —样品的峰面积；

C_R —对照品的浓度，mg/mL；

m_x —样品称取量，mg。

$$\text{样品中人参皂苷Re的含量 (g/100g)} = \frac{C_R \times A_x}{A_R \times m_x} \times 25 \times 100$$

式中：

A_R —对照品的峰面积；

A_x —样品的峰面积；

C_R —对照品的浓度，mg/mL；

m_x —样品称取量，mg。

样品中人参皂苷的含量 (g/100g) = 人参皂苷Rg₁的含量 (g/100g) + 人参皂苷Re的含量 (g/100g)

2 淫羊藿苷的测定

2.1 原理：将样品内容物用甲醇提取后，用高效液相色谱法测定。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：分析纯。

2.2.2 乙腈：色谱纯。

2.2.3 双蒸水。

2.2.4 淫羊藿苷标准品：购自中国食品药品检定研究院。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪。

2.3.2 超声波清洗器。

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

2.4.2 流动相：乙腈-水=28:72。

2.4.3 检测波长：270nm。

2.4.4 理论板数：按淫羊藿苷峰计算应不低于4500。

2.5 对照品溶液的制备：精密称取淫羊藿苷对照品适量，加甲醇溶解稀释制成每1mL含20 μ g的溶液，即得。

2.6 供试品溶液的制备：取本品内容物，研细，取50mg，精密称定，置25mL容量瓶中，加甲醇20mL，超声处理30min（功率250W，频率33kHz），取出，放冷，加甲醇定容至刻度，滤过，取续滤液，即得。

2.7 测定：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，计算，即得。

2.8 结果计算

$$\text{样品中淫羊藿苷的含量 (g/100g)} = \frac{C_R \times A_x}{A_R \times m_x} \times 25 \times 100$$

$$A_R \times m_x$$

式中：

A_R —对照品的峰面积；

A_x —样品的峰面积；

C_R —对照品的浓度，mg/mL；

m_x —样品称取量，mg。

【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. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8倍量70%乙醇80℃回流提取2次，分别3、2h）、过滤、真空浓缩、真空干燥（70~80℃）、粉碎、过筛、检验、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	12±2
感官要求	淡黄色粉末
粒度	80目
水分，%	≤5.0
干燥失重，%	≤5.0
炽灼残渣，%	≤1.5
人参皂苷（Rg1+Re），%	≥10
重金属，mg/kg	≤5.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（醇提两次，第一次10倍量90%乙醇80℃回流提取2h，再10倍量80%乙醇80℃回流提取1h；滤渣再水提两次，第一次18倍量水煮2h，第二次18倍量水煮1h。四次滤液合并）、过滤、浓缩、加蛋白酶水解（1%蛋白酶，30℃，6h）、煮沸灭菌（100℃，5min）、膜过滤、浓缩、室温测调至含80%乙醇沉降、喷雾干燥（进风温度150~180℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、检验、包装等主要工艺制成。
提取率（或得率），%	2.5±2
感官要求	黄棕色粉末
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
总多糖，%	≥70

重金属, mg/kg	≤10
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
砷(以As计), mg/kg	≤2.0
汞(以Hg计), mg/kg	≤1.0
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.5
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	淫羊藿饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(15倍量70%乙醇80℃回流提取2次, 每次1h)、过滤、浓缩、溶解、离心、真空浓缩、喷雾干燥(进风温度150~180℃, 出风温度80~90℃)、粉碎、过筛、检验、包装等主要工艺制成。
提取率(或得率), %	5±2
感官要求	棕褐色粉末
粒度	80目
水分, %	≤5.0
干燥失重, %	≤5.0
炽灼残渣, %	≤2.5
淫羊藿苷, %	≥10
重金属, mg/kg	≤5.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 巴戟天提取物

项 目	指 标
来源	巴戟天饮片 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(10倍量80%乙醇80℃回流提取2次, 分别2h、1h; 滤渣加10倍量水提两次, 分别2h、1h。四次滤液合并)、过滤、浓缩、加蛋白酶水解(1%蛋白酶, 30℃, 6h)、煮沸灭菌(100℃, 5min)、膜过滤、浓缩、室温测调至含80%乙醇沉降、喷雾干燥(进风温度150~180℃, 出风温度80~90℃)、粉碎、过筛、检验、包装等主要工艺制成。
提取率(或得率), %	2.5±2
感官要求	棕色粉末
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤2.0
干燥失重, %	≤8.0
总多糖, %	≥50.0

重金属, mg/kg	≤10.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤2.0
汞 (以Hg计), mg/kg	≤1.0
镉 (以Cd计), mg/kg	≤2.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”的规定。
