

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100470

康之牌西洋参灵芝红景天胶囊

【原料】 西洋参、灵芝、红景天、黄精、枸杞子、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体

【辅料】 硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（10倍量水浸泡0.5h，加热提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、干燥（70～80℃，0.06～0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）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】 药品包装用铝箔应符合YBB00152002的规定；聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212002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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	味微苦，具中药特殊气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、破损；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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	≤30	《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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥1.0	1 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥24	2 腺苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥10	3 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:

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

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。

2 腺苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 范围

本方法规定了保健食品中腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限: 0.04μg。

本方法的线性范围: 0.40~60.0μg/mL。

2.2 原理: 将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-水进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 磷酸二氢钾: 分析纯。

2.3.2 无水乙醇: 优级纯。

2.3.3 甲醇: 优级纯。

2.3.4 提取液: 乙醇-水=3:2。

2.3.5 腺苷标准溶液: 准确称量腺苷标准品0.0100g, 加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)。

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: 取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀, 准确称取适量试样(精确至0.001g)于25mL容量瓶中, 加入约20mL提取液, 超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度, 混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×150mm, 5μm。

2.5.2.2 柱温: 室温。

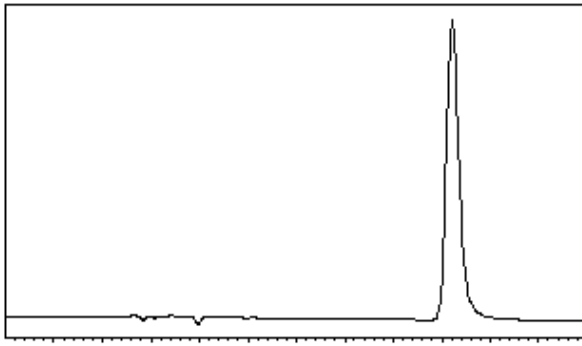
2.5.2.3 紫外检测器: 检测波长254nm。

2.5.2.4 流动相: 甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

2.5.2.5 流速: 1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量: 10μL。

2.5.2.7 色谱分析: 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。



腺苷标准溶液色谱图

2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0 $\mu\text{g/mL}$ 腺苷标准溶液，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。

2.5.4 分析结果的表示

2.5.4.1 计算

$X = (h_1 \times C \times V \times 100) / (h_2 \times m \times 1000)$ 式中：
X—试样中腺苷的含量， $\text{mg}/100\text{g}$ ；

h_1 —试样峰高或峰面积；
 C —标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V —试样定容体积， mL ；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；
 m —试样质量， g 。

2.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

2.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 $\pm 10\%$ 。

3 粗多糖的测定

3.1 仪器

3.1.1 离心机：4000 r/min

3.1.2 100 mL 离心瓶或10 mL 具盖离心管

3.1.3 分光光度计

3.1.4 水浴锅

3.2 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

3.2.1 葡萄糖标准溶液：准确称取经98~100 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的分析纯葡萄糖1.0000 g ，加水溶解后以水稀释至1000 mL ，此溶液1 mL 含1 mg 葡萄糖，用前稀释10倍（0.1 mg/mL ），临用新配。

3.2.2 0.2%蒽酮-硫酸溶液：称取0.2 g 蒽酮，置于烧杯中，缓慢加入100 mL 浓硫酸（分析纯），溶解后呈黄色透明溶液，临用新配。

3.3 样品处理：准确称取样品1~2 g ，置于100 mL 离心瓶中，加15 mL 热水（温度 $>90^{\circ}\text{C}$ ），搅拌均匀，于沸水浴中加热30 min 后过滤，定容。取此待测液15 mL ，加75 mL 无水乙醇搅拌均匀（若只有10 mL 离心管，则每管加入1.5 mL 样品溶液，后加7.5 mL 无水乙醇，加盖反复颠倒管子数次），在离心机中以4000 r/min 离心10 min ，并小心弃去上清液，再加15 mL 热水（温度 $>90^{\circ}\text{C}$ ）冲洗离心瓶中沉淀物，或用1.5 mL 热水冲洗离心管中沉淀物，重复一次后再以4000 r/min 离心10 min ，并小心地用吸管将上层液体吸去，然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至100~250 mL （使样液含糖量在0.02~0.08 mg/mL 之间），过滤，弃去初滤液即为待测液。

3.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准溶液（0.1 mg/mL ）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 于10 mL 具塞比色管中，加水至1.0 mL ，加入蒽酮试剂5 mL ，充分混匀，在沸水浴中加热10 min ，取出在流水中冷却20 min 后，在620 nm 波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸光度值，绘制标准曲线。

3.5 样品测定：准确吸取样品待测液10 mL （含糖20~80 μg ），按标准曲线绘制步骤于620 nm 波长下测定吸光度值并求出样品含糖量。

3.6 结果计算

$X = (m_1 \times F \times n \times 100) / (m \times 1000)$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m₁—由标准曲线查得样品液含糖质量，mg；

m—样品质量，g；

n—稀释倍数；

F—换算因子。

换算因子的测定：准确称取被测物质的纯品20mg，置100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，吸取0.2~0.4mL该溶液于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，按上法测定。从标准曲线中查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量（mg）。

$$F = m / (m_1 \times n)$$

式中：

m—多糖纯品的质量，mg；

m₁—多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量，mg；

n—供试液的稀释倍数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】

1. 西洋参：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. 红景天：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. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉 <i>Paecilomyces hepiali</i> Chen & Dai
制法	经深层发酵培养（菌种培养：24~26℃，7~10天；一级种子培养：24~26℃，6~9天；二级种子培养：25±1℃，40~50h；三级发酵培养：25±1℃，45~65h）、分离（压滤，压力3~3.5Mpa）、干燥（95±5℃，26~30h）、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	浅棕色至棕色粉末状，具有本品特有的香味，味微苦，无异味，无正常视力可见外来异物
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
腺苷，mg/100g	≥180
甘露醇类物质，g/100g	≥8.0
多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥4.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2

滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
