

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060411

山水方正®淫羊藿枸杞子胶囊

- 【原料】淫羊藿、枸杞子、黄芪、葛根、山药、西洋参
- 【辅料】玉米淀粉
- 【生产工艺】本品经提取（8倍量60%乙醇回流提取两次，浸泡30min，每次1.5h，过滤，静置12h）、浓缩、真空干燥（-0.08MPa，65℃）、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	内容物呈棕褐色
滋味、气味	味微苦，具中药特有香气
状态	硬胶囊，完整光洁，无粘连、变形或破裂，内容物粉末干燥、疏松、混合均匀；无肉眼可见的杂质

【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
灰分，%	≤6	GB 5009.4
水分，%	≤9	GB 5009.3
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	≤0.002	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.006	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), mg/100g	≥1230	1 总皂苷的测定
粗多糖(以葡萄糖计), mg/100g	≥80	2 粗多糖的测定
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥2.31	3 总黄酮的测定

1 总皂苷的测定

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：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。

1.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-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0.2mL 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。

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 结果计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

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。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，糖与硫酸在沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛（羟甲基糖醛），再与蒽醌缩合成蓝绿色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比，在620nm波长下比色定量。

2.2 仪器

2.2.1 离心机：4000r/min。

2.2.2 离心瓶容量100mL或具盖10mL离心管。

2.2.3 分光光度计。

2.2.4 水浴锅。

2.3 试剂

实验用水为双蒸水。所用试剂为分析纯级。

2.3.1 葡萄糖标准液：准确称取1.0000g经过98~100℃干燥至恒温的分析纯葡萄糖（葡萄糖标准品来源于成都化学试剂厂（99.5%）），加水溶解后以水稀释至1000mL，此溶液1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍（0.1mg/mL），现用现配。

2.3.2 0.2%蒽醌硫酸溶液：称取0.2g蒽醌置于烧杯中，缓慢加入100mL浓硫酸（分析纯）。溶解后呈黄色透明溶液，现用现配。

2.4 样品处理：准确称取样品1~2g均匀研碎，置100mL的具塞锥形瓶中，加入50mL热水（>90℃）溶解，在沸水浴中加热15min，使淀粉糊化，冷却至60℃，加入1.0mL 10%的淀粉酶溶液，加0.5mL乙酸钠缓冲液（PH7.4）加塞，于55~60℃保温1h，中间间歇搅拌（取1滴上清液用碘液检验是否完全水解，若呈蓝色，再加淀粉酶溶液并继续保温，直至酶解液加碘后不呈蓝色为止），加热至沸（使酶失活），然后再加入1%的葡萄糖酶在37℃温箱中，保温24h使淀粉全部酶解成葡萄糖。再移样于蒸发皿中，并在沸腾水浴中稍浓缩，放冷，小心将样液转入25mL容量瓶中，用水洗容器，并定容至刻度，过滤。取此待测液15mL置于100m

L离心管中，再加75mL无水乙醇。在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，然后用玻璃棒将沉淀物取出转移到500mL酸水解瓶底部，取50mL热水（温度大于90℃），其中部分用来冲洗离心瓶中剩余的沉淀物，将沉淀物一并全部转移到500mL酸水解瓶中，加入15mL浓盐酸于酸水解瓶中，开启冷凝水，在沸水浴中加热2h，冷却，然后先用40%氢氧化钠粗调，后用稀的氢氧化钠细调，再置于PH计上调整PH在6.8~7.2之间，将已中和的酸解液转移至100~250mL容量瓶中，滤纸过滤，滤液为待测液。

2.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞瓶中，加水至1.0mL，加入蒽醌试剂5mL充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出在流水中冷却20min后，在620nm波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸收值绘制标准曲线。

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

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times 1000} \times F \times n \times 100\%$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —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：准确称取被测定物质的纯品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）。

$$F = \frac{m}{m_1 \times n}$$

式中：

m—多糖纯品的质量，mg；

m_1 —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。

3 总黄酮的测定

3.1 试剂

3.1.1 聚酰胺粉。

3.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 甲醇：分析纯。

3.2 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮的含量。

3.3 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮的含量。

3.4 结果计算：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮含量（以芦丁计），mg/100g；

A—由标准曲线算的被测液中黄酮量， μg ；

M—试样质量，g；

V_1 —测定用试样体积，mL；

V_2 —试样定容总体积，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. 淫羊藿：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 山药：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
7. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改