

## 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G20190135

## 宫草<sup>®</sup>西洋参灵芝红景天胶囊

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌粉、葡萄籽提取物、西洋参提取物、灵芝提取物、红景天提取物、玫瑰花提取物

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经混合、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】 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
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，囊体光洁，色泽均匀，无变形、无粘连、无破损；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	GB 5009.3
灰分，%	≤10	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
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
腺苷, mg/100g	≥120	1 腺苷的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.8	2 总皂苷的测定
原花青素, g/100g	≥8	3 原花青素的测定

## 1 腺苷的测定

### 1.1 试剂

1.1.1 除非另有说明,在分析中仅使用双蒸水。

1.1.2 磷酸二氢钾:分析纯。

1.1.3 无水乙醇:优级纯。

1.1.4 甲醇:优级纯。

1.1.5 提取液:乙醇-水=3:2

1.1.6 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。

### 1.2 仪器

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:准确称取试样0.5g(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。

#### 1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱： $C_{18}$ 柱， $4.6 \times 150\text{mm}$ ， $5\mu\text{m}$ 。

1.4.2 柱温：室温。

1.4.3 紫外检测器：检测波长 $254\text{nm}$ 。

1.4.4 流动相：甲醇： $0.01\text{mol/L}$ 磷酸二氢钾溶液= $10:90$ 。

1.4.5 流速： $1.0\text{mL/min}$ 。

1.4.6 进样量： $10\mu\text{L}$ 。

1.5 色谱分析：取 $10\mu\text{L}$ 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 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。

#### 1.7 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

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， $\text{mL}$ ；

$h_2$ —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量， $\text{g}$ 。

## 2 总皂苷的测定

### 2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂。

2.1.2 甲醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用， $100 \sim 200$ 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 $5\text{g}$ 香草醛，加冰乙酸溶解并定容至 $100\text{mL}$ 。

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 $0.020\text{g}$ ，用甲醇溶解并定容至 $10.0\text{mL}$ ，即每毫升含人参皂苷Re $2.0\text{mg}$ 。

### 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：称取 $1.0\text{g}$ 左右的试样，精密称定，放于 $100\text{mL}$ 容量瓶中，加少量水，超声 $30\text{min}$ ，再用水定容至 $100\text{mL}$ ，摇匀，放置，吸取上清液 $1.0\text{mL}$ 进行柱层析。

2.3.2 柱层析：用 $10\text{mL}$ 注射器作层析管，内装 $3\text{cm}$  Amberlite-XAD-2大孔树脂，上加 $1\text{cm}$ 中性氧化铝。先用 $25\text{mL}$ 70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用 $25\text{mL}$ 水洗柱，弃去洗脱液，精确加入 $1.0\text{mL}$ 已处理好的试样溶液（见2.3.1），用 $25\text{mL}$ 水洗柱，弃去洗脱液，用 $25\text{mL}$ 70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于 $60^\circ\text{C}$ 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 $0.2\text{mL}$ 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，放在60℃水浴上加温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 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；

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—样品稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

## 3 原花青素的测定

### 3.1 范围

本方法规定了保健食品中原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为3μg，最低检出浓度为3μg/mL。

本方法最佳线性范围：3~150μg/mL。

3.2 原理：原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色，但经过用热酸处理后，可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

### 3.3 试剂

3.3.1 甲醇：分析纯。

3.3.2 正丁醇：分析纯。

3.3.3 盐酸：分析纯。

3.3.4 硫酸铁铵：NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。

3.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

### 3.4 仪器

3.4.1 分光光度计

3.4.2 回流装置。

### 3.5 分析步骤

3.5.1 样品的制备：取20粒胶囊内容物，研磨。

3.5.2 提取：称取50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

### 3.5.3 测定

3.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

3.5.3.2 将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后，取出6mL置于具塞锥瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度值，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1h内稳定。

### 3.6 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times v \times 1000}{\text{—————}} \times 100$$

$$m \times 1000 \times 1000$$

式中：

- X—试样中原花青素的百分含量，%；  
 $m_1$ —反应混合物中原花青素的量， $\mu\text{g}$ ；  
 v—待测样液的总体积，mL；  
 m—试样质量，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. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉菌
制法	经发酵培养（25℃，pH5，72h）、过滤、常压干燥（90±5℃，30~35h）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	浅棕色至棕色粉末状，具本品特有的香味，味微苦，无异味，无杂质
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
多糖（以无水葡萄糖计），g/100g	≥4.0
蛋白质，g/100g	≥25.0
甘露醇类物质，g/100g	≥8.0
腺苷，mg/100g	≥180.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.2
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
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. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合食品安全国家相关标准的规定
制法	经提取（乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、柱层析（ADS-8大孔树脂，用适宜浓度乙醇梯度洗脱）、浓缩、喷雾干燥（进口温度150~195℃，出口温度95~105℃）、混合、过筛、包装等主要工艺制成。

提取率, %	2
感官要求	黄棕色至红棕色粉末状, 气微、味涩, 无结块, 无肉眼可见的外来杂质
原花青素, g/100g	≥95.0
低聚原花青素, g/100g	≥60.0
原花青素B <sub>2</sub> , g/100g	≥1.5
水不溶物, g/100g	≤5.0
水分, g/100g	≤5.0
灰分, g/100g	≤1.0
重金属 (以Pb计), mg/kg	≤10
总砷 (以As计), mg/kg	≤2.0
菌落总数, CFU/g	≤1000
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. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取 (8倍量70%乙醇回流提取2次, 每次1.5 h)、过滤、浓缩、减压干燥 (-0.075~-0.085MPa, 65℃)、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率, %	20
感官要求	黄白色或棕黄色均匀粉末, 味苦, 无异味, 无可见异物
总皂苷 (以人参皂苷Re计), %	≥15
粒度 (120目筛的通过率), %	≥95
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
重金属 (以Pb计), mg/kg	≤1.0
砷盐 (以As计), mg/kg	≤0.5
六六六, mg/kg	≤0.10
滴滴涕, mg/kg	≤0.01
菌落总数, CFU/g	≤1000
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. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	灵芝 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取 (15倍量水煎煮提取2次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、减压干燥 (-0.075~-0.085MPa, 6

	5℃)、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率, %	5
感官要求	黄棕色或深棕色均匀精细粉末, 易吸湿, 具本品特有滋味、气味, 无可见异物
灵芝多糖, %	≥10
粒度(80目筛的通过率), %	≥95
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
砷盐(以As计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
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

#### 5. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	红景天 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(12倍量75%乙醇回流提取2次, 每次1.5 h)、过滤、浓缩、减压干燥(-0.075~-0.085MPa, 65℃)、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率, %	10
感官要求	棕黄色至红棕色均匀粉末, 气香, 味苦, 无可见异物
红景天苷, %	≥1
粒度(80目筛的通过率), %	≥90
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
重金属(以Pb计), mg/kg	≤1.0
砷盐(以As计), mg/kg	≤0.5
六六六, mg/kg	≤0.01
滴滴涕, mg/kg	≤0.01
菌落总数, CFU/g	≤1000
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

#### 6. 玫瑰花提取物

项 目	指 标
来源	玫瑰花 应符合《中华人民共和国药典》的规定

制法	经提取（10倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、减压干燥（-0.075~-0.085MPa，65℃）、粉碎、包装等主要工艺制成。
提取率，%	10
感官要求	棕红色均匀粉末，具本品特有的滋味、气味，无可见异物
玫瑰花多糖，%	≥40
粒度（80目筛的通过率），%	≥95
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
砷盐（以As计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

