

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20160009

道君牌苦瓜知母葛根山茱萸胶囊

【原料】 苦瓜、葛根、知母、山茱萸、桑叶、乌梅、人参（经辐照）、铬酵母

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、辐照灭菌（人参，⁶⁰Co，5kGy）、提取（苦瓜、知母、乌梅，加水煎煮2次，分别9倍量水2h、7倍量水1h；葛根、山茱萸、桑叶，加70%乙醇回流提取2次，分别12倍量1.5h、10倍量1h）、过滤、浓缩、干燥（-0.075~-0.085MPa，65℃）、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】 包装瓶应符合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	内容物呈棕褐色至黑褐色
滋味、气味	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，内容物为颗粒
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
蛋白质，g/100g	≥7	GB 5009.5
水分，%	≤9	GB 5009.3

灰分, %	≤10	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. 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, CFU/g	≤25	GB 4789. 15
酵母, CFU/g	≤25	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
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
总皂苷（以人参皂苷Re计）, mg/100g	≥800	1 总皂苷的测定
葛根素, mg/100g	≥650	2 葛根素的测定
铬（以Cr计）, mg/100g	1. 0～4. 5	GB 5009. 123

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：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；

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 葛根素的测定

2.1 原理：利用混合物中各组分在两相间进行分配，各组分在性质上和结构上的不同，而产生的作用力大小不同，使主成分与杂质分开，从而进行葛根素的定量分析。

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（30%）：105mL水中加入无水乙醇45mL，混匀。

2.2.2 葛根素标准储备液：精密称取葛根素对照品10mg，置25mL容量瓶中，加30%乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.2.3 葛根素标准对照液：精密称量葛根素标准储备液2mL，置10mL容量瓶中，加30%乙醇至刻度，摇匀，即得每1mL中含葛根素80μg的标准对照液。

2.2.4 葛根素标准品：来源于中国食品药品检定研究院，纯度95.4%。

2.3 仪器：高效液相色谱仪。

2.4 色谱条件

- 2.4.1 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂
- 2.4.2 流动相：甲醇-水=25:75
- 2.4.3 检测波长：250nm
- 2.4.4 理论板数：按葛根素峰计算应不低于4000。
- 2.5 样品处理：取样品约1g，精密称定其质量（m），置锥形瓶中，精密加入30%乙醇50mL，称定重量，加热回流30min，再称定重量，用30%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得样品溶液。
- 2.6 测定：分别精密吸取葛根素标准对照液与样品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定。
- 2.7 结果计算

$$X = C_R \times \frac{A_X}{A_R} \times \frac{50}{m} \times 10^{-3} \times 100$$

式中：

X—样品中葛根素的含量，mg/100g；

A_X—样品溶液的峰面积或峰高；

A_R—标准对照液的峰面积或峰高；

c_R—标准对照液的浓度，μg/mL；

m—样品称取量，g。

【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. 苦瓜、葛根、知母、山茱萸、桑叶、乌梅、人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 铬酵母

项 目	指 标
来源	酿酒酵母 <i>Saccharomyces cerevisiae</i>
制法	以食品加工用酵母（酿酒酵母）、含三价铬的培养基（糖蜜、磷酸二氢铵、三氯化铬）经种子培养（28～32℃, 16～24h）、发酵罐发酵（28～32℃, 25～40h）、离心、干燥（进风温度180～200℃，出风温度70～80℃）、过筛、分装等主要工艺加工制成
感官要求	淡黄色至黄棕色、具有本品特殊的香味和滋味、细度均匀的粉末、无肉眼可见外来杂质
铬（以Cr计），mg/kg	1900～2400
水分，%	≤6.0
蛋白质，%	≥40.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
六价铬	不得检出
菌落总数，CFU/g	≤3000
大肠菌群，MPN/g	≤3.0
霉菌，CFU/g	≤25
致病菌（沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌），/25g	不得检出