

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G20160454

圣好®西洋参红景天马鹿茸胶囊

【原料】

西洋参、刺五加、红景天、黄精、茯苓、桑椹、大枣、马鹿茸

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）、提取（10倍量水100℃提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度150～180℃，出口温度80～90℃）、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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定，药用铝箔应符合YBB00152002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
滋味、气味	具中药特有气味，无异味
状态	硬胶囊，完整光洁，无粘结，无破损；内容物为粉末；无正常视力可见外来异物

【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	≥4.6	GB 5009.5
水分，g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤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
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
红景天苷, mg/100g	≥432	1 红景天苷的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100g	≥890	2 总皂苷的测定

1 红景天苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

1.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限: 0.02μg。

本方法的线性范围: 0.01~0.50μg/mL。

1.2 原理: 将混匀的试样使用甲醇进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 乙酸钠: 分析纯。

1.3.2 甲醇: 优级纯。

1.3.3 石油醚: 分析纯。

1.3.4 红景天苷标准溶液: 准确称量红景天苷标准品0.0200g, 加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理

1.5.1.1 液体试样: 准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中, 先加入25mL甲醇, 超声10min后用甲醇定容至刻度, 混匀, 经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.1.2 固体试样: 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5

0mL容量瓶中,加入甲醇,超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度,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。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×250mm, 5μm。

1.5.2.2 柱温: 室温。

1.5.2.3 紫外检测器: 检测波长215nm。

1.5.2.4 流动相: 甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

1.5.2.5 流速: 1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量: 10μL。

1.5.2.7 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。

1.5.3 标准曲线制备: 分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/mL红景天苷标准溶液,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。

1.5.4 结果计算

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

式中:

X—试样中红景天苷的含量, mg/g;

h₁—试样峰高或峰面积;

C—标准溶液浓度, μg/mL;

V—试样定容体积, mL;

h₂—标准溶液峰高或峰面积;

m—试样质量, g。

计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

1.6.1 准确度: 方法的回收率在91.7~98.6%之间。

1.6.2 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±10%。

2 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))

2.1 试剂

2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。

2.1.2 正丁醇: 分析纯。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200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5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

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0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

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

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 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。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

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 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。

【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. 西洋参、刺五加、红景天、黄精、茯苓、桑椹、大枣、马鹿茸、糊精、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
