

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130929

圣济堂牌槲杞胶囊

【原料】 桑椹、当归、枸杞子、人参

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）、提取（桑椹、当归、枸杞子，加8倍量水煎煮2次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（-0.085MPa，65℃）、粉碎、过筛、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《口服固体药用高密度聚乙烯瓶》或YBB00262002《口服固体药用聚酯瓶》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	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，外观光滑、整洁、无粘结、变形或破裂现象；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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤14.5	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
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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥1.8	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.6	《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中总皂苷的测定”

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外，所用试剂均为分析纯；所用水为双蒸水。

1.1.1 葡萄糖标准溶液：准确称取1.00g经过105℃干燥至恒重的无水葡萄糖（购自中国食品药品检定研究院），加水溶解后以水稀释至1000mL，此溶液1mL含葡萄糖1mg，用前稀释10倍（0.1mg/mL），临用新配。

1.1.2 0.2%蒽酮硫酸溶液：称取0.2g蒽酮，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，临用新配。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 100mL离心瓶。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.3 样品处理：称取样品1.0g，精密称定，置于100mL离心瓶中，加15mL热水（温度>90℃）搅拌直至溶解，取此待测液15mL，加75mL无水乙醇搅拌均匀。在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，再加15mL热水（温度>90℃）冲洗离心瓶中沉淀物，重复一次后再以4000r/min离心10min，小心用吸管将上清液吸去。然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至250mL。过滤，弃去初滤液即为待测液。

1.4 标准曲线的制备：准确吸取葡萄糖标准溶液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，加入蒽酮试剂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，测定各管的吸光度值，绘制标准曲线。

1.5 样品测定：准确吸取样品待测液1.0mL，按标准曲线绘制步骤于620nm波长处测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{V_1 \times m_1 \times 100}{\text{—————}}$$

$$V_2 \times m \times 1000$$

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葡萄糖质量, mg;

m—样品质量, g;

V_1 —样品定容体积, mL;

V_2 —取待测液体积, mL。

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;

A_1 —被测液的吸光度值;

A_2 —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。

胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 桑椹：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 当归：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-