

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110271

永德兴牌西洋参马鹿茸胶囊

- 【原料】 西洋参、马鹿茸
- 【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经灭菌（121℃，20min）、干燥、粉碎、混合、过筛、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】 聚乙烯瓶应符合GB/T 11115及GB 9687的规定；铝箔封口膜应符合YBB00122004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	内容物呈棕黄色或淡黄色
滋味、气味	具中药的特殊气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为均匀粉末
杂质	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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤20.0	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	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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
菌群总数, 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）， g/100g	≥2.0	1 总皂苷的测定
总氨基酸, g/100g	≥12.0	2 总氨基酸的测定

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

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

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 总氨基酸的测定

2.1 原理：在密闭容器中，样品含有的氨基酸与异硫氰酸苯酯及三乙胺室温反应生成其衍生物，其衍生物在254nm波长处有吸收峰。根据色谱峰的保留时间定性，峰面积定量。

2.2 试剂

2.2.1 0.1mol/L异硫氰酸苯酯。

2.2.2 1.0mol/L三乙胺溶液。

2.3.3 乙腈。

2.2.4 0.1mol/L醋酸钠溶液。

2.3 仪器

2.3.1 恒温箱。

2.3.2 液相色谱仪。

2.4 色谱条件

2.4.1 C₁₈色谱柱5μm×25mm。

2.4.2 柱温：38℃。

2.4.3 检测波长：254nm。

2.4.4 进样量：10μL。

2.4.5 流动相A：0.1mol/L醋酸钠-乙腈（体积比93：7）溶液。

2.4.6 流动相B：乙腈-水（体积比4：1）溶液。

2.4.7 线性梯度洗脱程序：0min，0%B；13min，7%B；23min，23%B；29min，35%B；35min，40%B。

2.5 标准曲线的绘制：取25mg/mL氨基酸混标液1.0mL，混标加入1mol/L三乙胺溶液0.5mL、0.1mol/L异硫氰酸苯酯0.5mL，立刻加盖混匀，剧烈振摇1min，平衡30min后，取10μL注入液相色谱仪，记录峰面积，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

2.6 样品溶液制备：准确称取样品1.0g，加20mL 6mol/L盐酸溶解，通氮气，105℃水解24h，取5mL水解液，滴加2mol/L氢氧化钠中和至pH8.0，加入超纯水定容至50mL，以下同3.2.5项。

2.7 测定：取10μL标准溶液及样品溶液，注入高效液相色谱仪，以保留时间定性，吸收峰高或峰面积与标准比较定量。

2.8 结果计算

$$X_1 = \frac{C \times V}{m}$$

式中：

X_1 —样品中氨基酸的含量，mg/g；

C—样品中氨基酸相当于标准浓度，mg/mL；

m—样品质量，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】

西洋参、马鹿茸、玉米淀粉、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
