

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110601

和方堂牌桑葫黄精胶囊

【原料】 葫芦巴提取物、黄芪提取物、黄精提取物、桑叶提取物、吡啶甲酸铬

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）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】 高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7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	内容物呈棕黄色至棕褐色
滋味、气味	气香，具本品固有的滋味
状态	硬胶囊，完整，无破裂；内容物为粉末；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，%	≤8.0	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	$\leq 0/25g$	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	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
吡啶甲酸铬, mg/100g	40~75	1 吡啶甲酸铬的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, mg/100g	≥ 378	2 总皂苷的测定
总黄酮（以芦丁计）, mg/100g	≥ 63	3 总黄酮的测定

1 吡啶甲酸铬的测定（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吡啶甲酸铬含量的测定方法。

本方法适用于吡啶甲酸铬作为功效成分添加于片剂、胶囊等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量10.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围：2.00~100 μ g/mL。

1.2 原理：将粉碎的胶囊和片剂试样使用甲醇:水=1:1进行提取和稀释，根据高压液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：优级纯。

1.3.2 磷酸氢二钾、磷酸二氢钾：分析纯。

1.3.3 吡啶甲酸铬标准溶液：准确称量吡啶甲酸铬标准品0.0100g，加入甲醇:水=1:1并定容至100.0mL，如有少量残渣，可使用超声波加速溶解。此溶液每mL含100 μ g吡啶甲酸铬。

1.4 仪器设备

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：取20粒片剂或胶囊试样进行粉碎或混匀，准确称取一定量试样于刻度试管中，加入甲醇:水=1:1并定容至20.0mL，超声提取5min后以3000rpm/min离心3min。经0.45 μ m滤膜过滤后，备用。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱： C_{18} 柱，4.6 $\times$ 250mm。

1.5.2.2 柱温：室温。

1.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

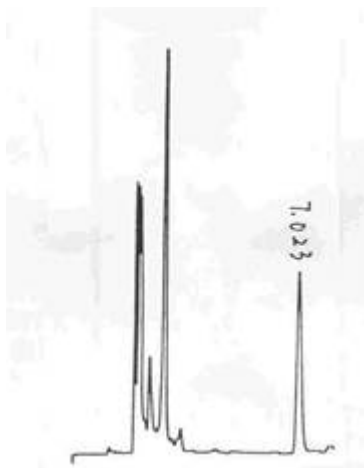
1.5.2.4 流动相：0.125mol/L磷酸盐缓冲溶液:乙腈=425:75。

1.5.2.5 流速：0.5mL/min。

1.5.2.6 进样量：10 μ L。

1.5.2.7 色谱分析：量取10 μ 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。

1.5.3 色谱图



在上述色谱条件下，吡啶甲酸铬的保留时间为7.023。

1.5.4 标准曲线制备 配制浓度为0.0、2.00、5.00、10.0、50.0、100μg/mL吡啶甲酸铬标准溶液，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。

1.5.5 分析结果表示

1.5.5.1 计算

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

式中：

X—试样中吡啶甲酸铬的含量，mg/g；

h_1 —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；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

1.5.5.2 结果表示：检测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91.5%~98.4%之间

1.6.2 允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

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。

3 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

3.1 试剂

3.1.1 聚酰胺粉

3.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 甲醇：分析纯。

3.2 分析步骤

3.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

3.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

3.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

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. 葫芦巴提取物

项 目	指 标

来源	葫芦巴 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水煮沸提取2次，每次1.5h）、浓缩、干燥（-0.08Mpa，80℃）、包装等主要工艺制成。
提取率，%	约9.5
感官要求	棕黄色粉末
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥1.5
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水煮沸提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（-0.08Mpa，80℃）、包装等主要工艺制成。
提取率，%	约13
感官要求	棕黄色粉末
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥2.5
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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. 黄精提取物

项 目	指 标
来源	黄精 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煮沸提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（-0.08Mpa，80℃）、包装等主要工艺制成。
提取率，%	约10.5
感官要求	棕色粉末
多糖（以葡萄糖计），%	≥2
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0

铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤30000
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. 桑叶提取物

项 目	指 标
来源	桑叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煮沸提取2次，每次1h）、浓缩、干燥（-0.08Mpa，80℃）、包装等主要工艺制成。
提取率，%	约11.2
感官要求	黄色粉末
总黄酮（以芦丁计），%	≥0.4
灰分，%	≤3
水分，%	≤5
过筛目数	60~200目
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
重金属（以Pb计）mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
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. 吡啶甲酸铬

项 目	指 标
来源	吡啶甲酸、三氯化铬
制法	吡啶甲酸水溶液和三氯化铬水溶液（吡啶甲酸与三氯化铬摩尔比为3:1）制备生成吡啶甲酸铬，经洗涤、干燥、包装等主要工艺制成。
感官要求	深红色细小结晶性粉末
含量以 $[\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_3]$ 干基计，%	98.0~102.0
铬（以Cr计），%	12.31
六价铬	不得检出
硫酸盐（ SO_4 ），%	≤0.2
氯化物（Cl），%	≤0.06
重金属（以Pb计），%	≤0.001
砷（以As计），%	≤0.0005
干燥失重，%	≤4.0
细度（以80目筛计），%	≥99.0

6. 明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

