

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G20110748

沛缇牌葫芦巴人参桑叶胶囊

【原料】

葫芦巴提取物、桑叶提取物、苦瓜提取物、人参提取物、吡啶甲酸铬

【辅料】 羧甲淀粉钠、微晶纤维素、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经混合、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】 包装用瓶符合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	内容物呈黄色至棕黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整，无破裂；内容物为粉末
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，%	≤8.0	GB 5009.3
灰分，%	≤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
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥144	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥80	2 总皂苷的测定
铬（以Cr计），mg/100g	6.69~11.15	GB 5009.123

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中分子量大于10000的高分子物质在800mL/L乙醇溶液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

1.2 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。

1.2.1 乙醇溶液（800mL/L）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 硫酸溶液（100mL/L）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释到100mL，混匀，溶液置冰箱中可保存一个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液：精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品（购自Sigma公司，含量99.9%）0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 标准曲线绘制：精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品处理

1.5.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品5.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.5.3 沉淀葡聚糖：精密取1.5.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.6 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL后，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

W₁—样品测定液中葡聚糖质量，mg；

W₂—样品空白液中葡聚糖质量，mg；

M—样品取样量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用样品测定液体积，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；

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. 胡芦巴提取物

项 目	指 标
来源	胡芦巴 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	经提取（10倍量水70℃提取2次，每次2h）、过滤、离心、浓缩、干燥（-0.05MPa，70℃下）、粉碎、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	11
感官要求	棕灰色至棕褐色粉末，具本品固有的滋味、气味，无异味
水分，%	≤5
灰分，%	≤3
胡芦巴碱，mg/100g	≥1000
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g

金黄色葡萄球菌	≤0/25g
---------	--------

2. 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（20倍量水60℃提取2次，每次1h）、过滤、离心、浓缩、干燥（-0.05MPa，60℃下）、粉碎、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	10
感官要求	褐色至深褐色粉末，具本品固有的滋味、气味，无异味
水分，%	≤5
灰分，%	≤3.5
1-脱氧野尻霉素，mg/100g	≥1200
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 苦瓜提取物

项 目	指 标
来源	苦瓜 应符合食品安全国家标准
制法	经提取（12倍量水70℃提取2h，10倍量水70℃提取2h，8倍量水70℃提取0.5h）、过滤、离心、浓缩、干燥（-0.05MPa，70℃下）、粉碎、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	5
感官要求	棕黄色至黄褐粉末，具本品固有的滋味、气味，无异味
水分，%	≤5
灰分，%	≤3.5
苦瓜苷，mg/100g	≥1500
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
感官要求	棕黄色粉末，具本品固有的滋味、气味，无异味
制法	经提取（6倍量75%乙醇70℃提取2次，每次2h）、过滤、离心、浓缩、干燥（-0.05MPa，70℃下）、粉碎、包装等主要工艺加工制成。
得率，%	5
水分，%	≤5
灰分，%	≤3.5
总皂苷，%	≥5
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
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	甲基吡啶氧化成的吡啶甲酸与三价铬化合物络合产物
制法	经纯化、分离、干燥等主要工艺制成。
感官要求	紫红色粉末
纯度，%	≥98
铬（以Cr计），%	≥12
六价铬	不得检出
含水量，%	≤4.0
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
菌落总数，CFU/g	≤10000
大肠菌群，MPN/g	≤0.3
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
