

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100005

陕科牌青霞胶囊

【原料】 茯苓、牡蛎、杜仲、远志、沙棘、人参

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经粉碎（部分人参）、提取（杜仲、沙棘、其余人参粗粉，5、4倍量70%乙醇回流提取2次，分别1.5、1h；药渣加茯苓、远志、牡蛎，8、7倍量水煎煮2次，分别2、1h）、过滤、浓缩、混合、减压干燥（0.085MPa，<60℃）、粉碎、制粒、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，<3kGy）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】 口服固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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	内容物呈浅褐色
滋味、气味	具中药特有气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，表面整洁，无黏结、变形、渗漏或囊壳破裂现象；内容物为颗粒
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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	GB 5009.3
灰分，%	≤20	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
镉(以Cd计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.15
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 4789.4
沙门氏菌	≤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
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	≥1.0	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外, 本方法所用试剂均为分析纯; 所用水为双蒸水。

1.1.1 葡萄糖标准液: 准确称取经过105℃干燥至恒重的分析纯葡萄糖1.0000g, 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: 准确称取样品1g, 加80mL热水(温度高于90℃), 搅拌直至溶解(若样品难溶, 可在沸水浴中加热30min), 过滤, 冷却至室温后, 定容至100mL。取此溶液7.5mL加37.5mL无水乙醇, 摇匀。在离心机中以4000r/min离心10min, 小心弃去上清液, 加7.5mL热水(温度高于90℃), 冲洗离心管中沉淀物, 重复一次后再以4000r/min离心10min, 小心弃去上清液, 然后用热水分次溶解沉淀并稀释定容至250mL。过滤, 弃去初滤液即为样品待测液。

1.4 标准曲线的制备: 准确吸取葡萄糖标准液(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-硫酸溶液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波长下测定吸光度值,计算样品中粗多糖含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{m \times V_1 \times V_3 \times 100}{M \times V_2 \times V_4 \times 1000}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡萄糖计), g/100g;

m—测定液中葡萄糖的含量, mg;

M—样品质量, g;

V_1 —样品定容体积, mL;

V_2 —沉淀粗多糖用样品溶液体积, mL;

V_3 —样品待测液体积, mL;

V_4 —测定用样品待测液体积, 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；

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. 茯苓、牡蛎、杜仲、远志、沙棘、人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
