

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220215

筑元吉康牌刺五加阿胶片

【原料】 刺五加、当归、阿胶、陈皮

【辅料】 微晶纤维素、低取代羟丙纤维素、交联羧甲基纤维素钠、胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、红氧化铁、二氧化钛）、硬脂酸镁

【生产工艺】

本品经提取（刺五加、当归、陈皮，加8倍量水煎煮2次，每次1h）、过滤、减压浓缩、减压干燥（60~80℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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】

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	包衣呈红棕色至棕色，内容物呈棕色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜衣片，完整光洁，有适宜的硬度
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
羟脯氨酸, g/100g	≥1.0	1 羟脯氨酸的测定
灰分, %	≤6	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	≤0.2	GB/T 5009.19

1 羟脯氨酸的测定

根据GB/T 9695.23-2008《肉与肉制品羟脯氨酸含量测定》修订。其中,羟脯氨酸标准储备液及标准系列工作液配制方法如下:

1.1 L-羟脯氨酸标准储备液制备:取L-羟脯氨酸对照品适量,精密称定,置容量瓶中,用水溶解,加一滴硫酸溶液,再用水稀释至刻度,得每1mL含L-羟脯氨酸约0.25mg的标准储备液。

1.2 L-羟脯氨酸标准系列工作液的制备:精密量取10.0mL上述标准储备液至50mL容量瓶中,用水定容。分别精密量取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,得L-羟脯氨酸标准系列工作液。临用前配制。

1.3 供试品溶液制备:取本品适量,除去包衣,研细,混匀,取约4.0g(可根据羟脯氨酸的含量调整取样量),精密称定,置烧瓶中,加入30mL3mol/L硫酸溶液,用表面皿盖住,于105℃干燥箱内恒温16h,取出,用圆形滤纸趁热将水解产物过滤并转移至250mL容量瓶中,用10mL硫酸溶液分3次洗涤烧瓶和滤纸,合并至上述量瓶中,用水定容,摇匀。精密量取样品水解产物0.5mL(可根据羟脯氨酸的含量调整取样体积),至100mL容量瓶中,用水定容,摇匀。作为供试品溶液。

1.4 其余显色等操作同GB/T 9695.23《肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定》。

【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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.25	1 总皂苷的测定
蛋白质, g/100g	≥20	2 蛋白质的测定
阿魏酸, mg/100g	≥3	3 阿魏酸的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂,购自Sigma-Aldrich化学公司。

1.1.2 乙醇:分析纯。

1.1.3 中性氧化铝:分析纯,100~200目。

1.1.4 高氯酸:优级纯。

1.1.5 冰乙酸：分析纯。

1.1.6 香草醛冰乙酸溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 人参皂苷Re对照品：来源于中国食品药品检定研究院。

1.2 仪器

1.2.1 紫外/可见分光光度计。

1.2.2 超声波清洗器（300W，40KHz）。

1.2.3 水浴锅。

1.2.4 电子天平。

1.3 分析步骤

1.3.1 人参皂苷Re对照品溶液制备：取人参皂苷Re对照品适量，精密称定，用甲醇溶解并稀释制成每1mL含人参皂苷Re 0.2mg的溶液。

1.3.2 供试品溶液制备：取本品适量，除去包衣，研细，混合均匀，取约3g（可根据总皂苷的含量调整取样量），精密称定，置100mL量瓶中，加水80mL，超声30min（300W，40KHz），加水至刻度，摇匀，放置，精密量取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.3 柱层析：层析杯内装3cm Amberlite-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，再用水洗至无醇味，弃去洗脱液，准确加入1.0mL（可根据总皂苷的含量调整取样体积）已处理好的试样溶液，用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此做显色用。同时取水1.0mL，同法进行柱层析，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干，作为空白对照。

1.3.4 显色：在上述已挥干的蒸发皿中精密加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再精密加入0.8mL高氯酸，混匀后移入10mL具塞比色管中，60℃水浴加热10min，取出，冰浴冷却（约2min）后，精密加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，于560nm波长处，以空白对照管为参比，与标准管一起进行比色测定。

1.3.5 标准管制备：精密量取前述人参皂苷Re对照品溶液0.5mL（可根据样品溶液的吸光度调整取样体积），置蒸发皿中，水浴挥干（60℃），用少量水溶解残渣，转移至已处理好的大孔树脂柱上，按“1.3.3”项下方法，自“用25mL水洗柱”起，依法进行柱层析、显色。

1.4 测定：分别取上述供试品溶液及标准管溶液，以空白对照管为参比，于560nm处测定吸光度，用外标一点法计算供试品溶液中相当于人参皂苷Re的总皂苷的量，计算供试品中总皂苷的含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{A_S \times m_1 \times 100 \times 100}{A_R \times 1 \times m \times 1000}$$

式中：

X—样品中总皂苷的含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

m_1 —对照品管所含人参皂苷Re的量，mg；

A_S —样品测定液的吸光度；

A_R —对照品测定液吸光度；

m—样品称取的质量，g。

2 蛋白质的测定

根据GB 5009.5《食品安全国家标准食品中蛋白质的测定》“第一法凯氏定氮法”修订，试样消解方法如下：

取本品适量，除去包衣，研细，混匀，取约1g（可根据蛋白质的含量调整取样量），精密称定，置于250mL定氮瓶中，加入0.2g硫酸铜和6.0g硫酸钾，混合均匀后加入硫酸20mL，轻摇后于瓶口放一小漏斗，将瓶以45°角斜支于有小孔的石棉网上。小心加热，待内容物完全碳化，泡沫完全停止后，加强火力，并保持瓶内液体微沸，至液体呈蓝绿色并澄清透明，再继续加热30min。冷却后小心加入20mL蒸馏水。放冷后移入100mL量瓶中，用蒸馏水清洗定氮瓶并转入量瓶中，用蒸馏水定容至刻度。混匀备用。

其余同GB 5009.5《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》“第一法凯氏定氮法”。

3 阿魏酸的测定

3.1 试剂

3.1.1 冰醋酸：分析纯；

3.1.2 乙腈：色谱纯；

3.1.3 水：超纯水；

3.1.4 沉淀剂 I 的配制：称取15.0g亚铁氰化钾，用水稀释并定容至100mL。该沉淀剂在室温下3个月内稳定。

3.1.5 沉淀剂 II 的配制：称取30.0g乙酸锌，用水稀释并定容至100mL。该沉淀剂在室温下3个月内稳定。

3.1.6 阿魏酸对照品：来源于中国食品药品检定研究院或其他符合要求的机构。

3.2 仪器

3.2.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器或二极管阵列检测器。

3.2.2 电子天平：感量0.01mg。

3.2.3 超声波清洗仪（300W，40KHz）。

3.2.4 涡旋混合器。

3.3 分析步骤

3.3.1 色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-0.5%冰醋酸（28：72）为流动相，检测波长为322nm。

3.3.2 标准储备液制备：取阿魏酸对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并稀释制成每1mL含阿魏酸0.1mg的溶液，即得。

3.3.3 阿魏酸标准系列工作液的制备：分别精密量取阿魏酸标准储备液0.1、0.2、0.4、0.8、1.5mL，置10mL量瓶中，加70%甲醇稀释至刻度，摇匀。作为标准系列工作液。

3.3.4 供试品溶液的制备：取本品适量，除去包衣，研细，混匀，混匀，取约1.0g（可根据阿魏酸的含量调整取样量），精密称定，置25mL（ V_1 ，可根据阿魏酸的含量调整稀释体积）量瓶中，加入10mL90%甲醇，再加入1mL沉淀剂 I，涡旋混匀，加入1mL沉淀剂 II，涡旋混匀，加入适量90%甲醇，超声提取（300W，40KHz）30min，取出，放冷，加90%甲醇至刻度，摇匀，离心（3500r/min，5min），用0.45 μ m微孔滤膜滤过，取续滤液即得。

3.4 测定：分别精密吸取阿魏酸标准系列工作液及供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定。以阿魏酸标准系列工作液中阿魏酸的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，由标准曲线读出供试品溶液中阿魏酸的浓度，计算样品中阿魏酸的含量。

3.5 结果计算

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

式中：

X—样品中阿魏酸的含量，mg/100g；

C—由标准曲线上读出的供试品溶液中阿魏酸的浓度， μ g/mL；

V_1 —供试品溶液总体积，mL；

M—样品称取的质量，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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 刺五加、当归、阿胶、陈皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 微晶纤维素、低取代羟丙纤维素、交联羧甲纤维素钠、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、红氧化铁、二氧化钛）

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、滑石粉、红氧化铁、二氧化钛
制法	经配料、混合、包装等主要工艺制成
感官要求	棕红色粉末
粒度	三号筛通过比例不得少于99%
酸碱度	4.0~8.0
水分，%	≤ 8
炽灼残渣，%	≤ 45
重金属，mg/kg	≤ 20

菌落总数, CFU/g	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
