

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G20210090

一正®玛咖人参红景天片

- 【原料】 玛咖粉（经辐照）、人参提取物、红景天提取物
- 【辅料】 甘露醇、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、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	黄褐色至土褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	片剂，完整光洁，有适宜的硬度
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
蛋白质，%	≥9.5	GB 5009.5
灰分，%	≤6.0	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
------------	------	--------------

【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
红景天苷, mg/100g	≥160	1 红景天苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, mg/100g	≥1300	2 总皂苷的测定

1 红景天苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

第一法 高效液相色谱法

1.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限：0.02μg。

本方法的线性范围：0.01~0.50μg/mL。

1.2 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 乙酸钠：分析纯。

1.3.2 甲醇：优级纯。

1.3.3 石油醚：分析纯。

1.3.4 红景天苷标准溶液：准确称量红景天苷标准品0.0200g，加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

1.4 仪器

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

1.5.1.1 液体试样：准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中，先加入25mL甲醇，超声10min后用甲醇定容至刻度，混匀，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.1.2 固体试样：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×250mm, 5μm。

1.5.2.2 柱温: 室温。

1.5.2.3 紫外检测器: 检测波长215nm。

1.5.2.4 流动相: 甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

1.5.2.5 流速: 1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量: 10μL。

1.5.2.7 色谱分析: 取10μL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 标准曲线制备: 分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/mL红景天苷标准溶液, 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。

1.5.4 分析结果的表示

1.5.4.1 计算

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

式中:

X—试样中红景天苷的含量, mg/g;

h₁—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;

h₂—标准溶液峰高或峰面积;

m—试样质量, g。

计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

准确度: 方法的回收率在91.7%~98.6%之间。

允许差: 在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

第二法 极谱法

1.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天苷为主要功效成分的保健食品中红景天苷的含量测定。

本方法的最低检出量为0.05μg。若取1.00mL液体类试样, 其最低检出浓度为0.05mg/L; 若取0.25g固体类试样, 则最低检出浓度为0.2mg/kg。

本方法的最佳线性范围为0.1μg/mL~1.0μg/mL。

1.2 原理: 保健食品中红景天苷用甲醇提取, D—101型大孔吸附树脂净化处理, 经亚硝基化后, 其衍生物在硼砂溶液中具有电活性, 在滴汞电极上还原产生极谱波。用峰电位定性, 以试样与标准的峰电流(I_p)比较定量。

1.3 试剂

除注明外, 试剂为分析纯, 实验用水为重蒸馏水。

1.3.1 甲醇。

1.3.2 D—101型大孔吸附树脂。

1.3.3 饱和硼砂溶液。

1.3.4 0.2%盐酸溶液。

1.3.5 2mol/L亚硝酸钠溶液。

1.3.6 1.0mg/mL红景天苷标准贮备溶液: 准确称取0.1000g红景天苷对照品(中国药品生物制品检定所)于烧杯中, 加水溶解并定容至100mL容量瓶。此溶液每毫升含红景天苷1.0mg, 冰箱保存。

1.3.7 10.0μg/mL红景天苷标准使用溶液: 准确吸取红景天苷标准贮备溶液1.00mL于100mL容量瓶中, 用水稀释至刻度。此溶液每毫升含红景天苷10.0μg。

1.4 仪器与设备

1.4.1 极谱分析仪。

1.4.2 超声波清洗机。

1.4.3 Φ10mm×150mm玻璃层析柱。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样的制备及预处理

1.5.1.1 液体类试样（如保健酒、口服液、饮料等）：准确吸取摇匀的试样液1.00mL于50mL容量瓶中，加水稀释至刻度、摇匀，供测定用。

1.5.1.2 一般固体类试样（如保健茶、蜜片、胶囊等）：准确称取经粉碎并过20目筛的试样0.25g，置50mL三角瓶中，加入10mL甲醇，于超声波清洗机超声提取10min、过滤，滤液收集于50mL容量瓶中。再加入10mL甲醇于三角瓶中，重复超声提取一次，合并滤液于上述容量瓶中，用水稀释至刻度，供测定用。

1.5.1.3 个别组分复杂的固体类试样

个别组分复杂的固体类试样需经柱层析净化处理。

层析柱制备。取适量D-101型非极性大孔吸附树脂于烧杯中，加水洗涤数次，缓缓倾入Φ10mm×150mm玻璃层析柱内，湿法装柱、树脂约高50mm，10mL甲醇注入层析柱上端进行淋洗，弃淋洗液。

净化。按1.5.1.2节处理、提取试样，准确吸取10.0mL提取试液，缓缓注入层析柱上端，用玻璃蒸发皿收集流出液。再吸取10mL甲醇分两次注入层析柱进行淋洗、合并流出液于蒸发皿中，置70℃恒温水浴挥干，用水溶解移入10mL容量瓶中，水稀释至刻度，供测定用。

1.5.2 极谱分析参考条件

单扫描极谱法（SSP法）。选择起始电位为—400mV，终止电位—900mV，扫描速度250mV/S，三电极，二次导数，静置时间5s及适当量程。于峰电位（E_p）—600mV（vs. SCE）处，记录红景天苷的峰电流（I_p）nA。

1.5.3 标准曲线的绘制：准确吸取10.0μg/mL红景天苷标准使用溶液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL于7支10mL比色管中（相当于含0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0μg红景天苷）。各管加入2.0mL 2mol/L亚硝酸钠溶液及1.0mL 0.2%盐酸溶液置沸水浴10min，取出冷却至室温后各管再加入1.0mL饱和硼砂溶液，加水稀释至刻度，摇匀。

将各管溶液依次移入电解池，置三电极系统。按上述极谱分析参考条件（1.5.2）下测定，记录各管红景天苷的峰电流（I_p）。以红景天苷含量为横坐标，其对应的峰电流为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5.4 试样测定

1.5.4.1 标准曲线法：准确吸取上述待测液0.1mL~0.5mL于10mL比色管中，（视其含量高、低而定）加入2mL 2.0mol/L亚硝酸钠溶液，以下操作同1.5.3节标准曲线绘制项下测定试液中红景天苷的峰电流（I_p）。

1.5.4.2 标准加入法：分别吸取上述待测液0.1~0.5mL于2支10mL比色管中（视其含量高、低而定）。其中一管加入所吸取待测液中红景天苷含量大致相当的红景天苷标准使用溶液（可先预测一次），各管再加入2mL 2.0mol/L亚硝酸钠溶液，以下操作步骤同1.5.3节标准曲线绘制项下。测定两管溶液中红景天苷的峰电流（I_p）。

1.6 结果

1.6.1 计算

1.6.1.1 标准曲线法

$$X = \frac{A}{\frac{V_1}{m \times \frac{V}{V_1} \times 1000}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X—试样中红景天苷含量，mg/g（或mg/mL）；

A—从标准曲线上查得的含量，μg；

V—试样的定容体积，mL；

V₁—测定用试样溶液体积，mL；

m—试样的质量（或体积），g（或mL）。

1.6.1.2 标准加入法

$$X = \frac{B \times h_1}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

$$h_2 \times m \times \frac{1}{V} \times 1000$$

式中:

B—加入红景天苷标准含量, μg ;

h_1 —未加红景天苷标准管中溶液的峰电流, nA;

h_2 —加红景天苷标准管中溶液的峰电流, nA;

X, m, V_1 , V与(1)式中表述含义相同。

1.6.1.3 结果表示: 计算结果保留3位有效数字。

1.6.2 技术参数

准确度: 本方法的平均添加回收率为92.5%。

精密度: 相对标准偏差(RSD) < 7.0%

干扰因素: 若试样中共存黄酮苷, 有正干扰, 测定时加入1%硝酸铝溶液0.5mL, 即可消除此干扰。

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) 100 μL 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;

A_1 —被测液的吸光度值;

A_2 —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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 玛咖粉（经辐照）：应符合《关于批准玛咖粉作为新资源食品的公告》（2011年第13号）下表的规定，经辐照灭菌（ ^{60}Co , 5kGy）。

项 目	指 标
感官要求	淡黄色粉末，具有玛咖的特殊气味，味苦，无异味，无肉眼可见外来杂质
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	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

2. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参
制法	经粉碎、提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、干燥（60℃，-0.08MPa）、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	浅黄色至棕黄色均匀粉末，味苦，有本品特有气味，无肉眼可见的杂质异物
提取率，%	约25
总皂苷，%	≥ 10
水分，%	≤ 5
灰分，%	≤ 10
粒度	95%以上通过100目筛
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	≤ 1000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

3. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	红景天
制法	经粉碎、提取（6倍量70%乙醇回流提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度175~185℃，出风温度65~75℃）、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	红棕色粉末状，具有红景天的特殊气味，微苦、

	涩, 无肉眼可见的杂质异物
提取率, %	约12.5
红景天苷, %	≥ 3
水分, %	≤ 5
灰分, %	≤ 5
粒度	100%通过80目筛
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	≤ 1000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

4. 甘露醇: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
