

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200106

艾蓝迪牌黄精玉竹三七胶囊

【原料】 黄精提取物、玉竹提取物、桑叶提取物、黄芪提取物、三七提取物

【辅料】 低聚异麦芽糖、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】 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	内容物呈浅黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象；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，%	≤9.0	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	≤0.2	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	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤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（以葡聚糖计）， g/100g	≥0.67	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥0.76	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品中分子量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性地从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显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，本方法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(80%)：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 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g枸橼酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。现用现配。

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

1.2.6 硫酸溶液（10%）：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，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存一月。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液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1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液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 标准曲线制备：准确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0.01、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 样品取样：取本品内容物约2.0g，精密称量，置于100mL容量瓶中，加水80mL，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，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

1.5.2 沉淀粗多糖：精密取1.5.1项滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇（V/V）溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3~4次操作。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项终滤液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，沸水浴中2min煮沸，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，离心后弃去上清液，反复3次操作后。残渣用10%（V/V）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：准确称取试样测定液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，用分光光度计在485nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中水溶性粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

x—样品中水溶性粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

m—样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，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. 黄精提取物

黄精提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	黄精 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（10倍量水煎煮提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~190℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	18
感官要求	黄棕色粉末
目数	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥8.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 玉竹提取物

玉竹提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	玉竹 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（10倍量水煎煮提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~190℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	16
感官要求	黄棕色粉末
目数	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥7
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2

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

3. 桑叶提取物

桑叶提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	桑叶 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（12倍量水煎煮提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~190℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	13
感官要求	浅黄棕色粉末
目数	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
总黄酮，g/100g	≥0.2
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 黄芪提取物

黄芪提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（16倍量水煎煮提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~190℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	18
感官要求	黄棕色粉末
目数	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0

铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 三七提取物

三七提取物的质量标准

项 目	指 标
来源	三七 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（10倍量70%乙醇提取3次，78℃，每次1.5 h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~190℃，出风温度80~90℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	11
感官要求	浅黄色粉末
目数	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥7.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 低聚异麦芽糖：应符合GB/T 20881《低聚异麦芽糖》和GB 15203《食品安全国家标准 淀粉糖》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
