

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200474

励元牌红景天西洋参麦冬胶囊

【原料】 麦冬提取物、红景天提取物、牡蛎提取物、西洋参提取物

【辅料】 玉米淀粉

【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】

药用塑料瓶应符合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	内容物呈棕色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无裂变，无霉变，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，%	≤6.0	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
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.15
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥2.5	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 离心机: 4000r/min。
- 1.1.2 离心管: 50mL或具塞15mL。
- 1.1.3 分光光度计。
- 1.1.4 水浴锅。
- 1.1.5 旋涡混合器。

1.2 试剂

实验用水为双蒸水, 所用试剂为分析纯级。

- 1.2.1 无水乙醇。
- 1.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。
- 1.2.3 80% (W/V) 硫酸。
- 1.2.4 葡萄糖标准液: 准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用液 (0.1mg/mL)。
- 1.2.5 0.1%蒽酮硫酸溶液 (W/V): 准确称取0.1g蒽酮置于烧杯中, 缓缓加入100mL80%硫酸溶液, 溶解后呈黄色透明溶液。现用现配。

1.3 测定步骤

- 1.3.1 样品提取: 取20粒以上胶囊并将其内容物混匀, 称取适量混匀样品, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴中加热30分钟, 取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中, 冷却至60℃以下, 加1mL10%淀粉酶液和0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液, 加塞, 置55~60℃酶解1小时, 再加适量的糖化酶 (如葡萄糖苷酶) (约为样液体积的1%) 于60℃以下再水解60min后取出 (用碘液检验是否水解完全, 如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止), 于电炉上小心加热至沸腾 (灭酶), 冷却, 补加水至刻度 (V_1), 混匀后过滤, 取滤液沉淀粗多糖。
- 1.3.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上滤液5.0mL (V_2), 置于50mL离心管中 (或2.0mL于15mL具塞离心管中), 加入无水乙醇20mL (或8mL), 混匀, 于4℃冰箱静置4小时以上, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用80% (V/V) 乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL (V_3) (根据糖浓度而定)。
- 1.3.3 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2mL (相当于葡萄糖0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.12mg) 置于10mL比色管中, 补加水至2.0mL, 加入0.1%蒽酮硫酸溶液6mL, 在旋涡混合器上混匀, 置沸水浴中加热10min, 取出, 再流水中冷却20min后, 用分光光度计在620nm波长处以试剂空白为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。
- 1.3.4 样品测定: 准确吸取样品待测液2.0mL (V_4) (含糖量20~100μg), 按标准曲线绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品含量。

1.4 结果计算

$$m_1 \times V_1 \times V_2$$

X = (m1 / (m2 * V2 * V4 * 1000)) * 100

式中：

- X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；
- m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
- m₂—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—样品待测液体积，mL。

【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	≥0.9	1 总皂苷的测定
红景天苷，mg/100g	≥416	2 红景天苷的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂。
- 1.1.2 正丁醇：分析纯。
- 1.1.3 乙醇：分析纯。
- 1.1.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。
- 1.1.5 人参皂苷Re标准品。
- 1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 1.1.7 高氯酸：分析纯。
- 1.1.8 冰乙酸：分析纯。
- 1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理：取20粒以上胶囊并将内容物混匀，称取适量混匀试样（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。

1.3.2 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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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。

2 红景天苷的测定

2.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.1.1 乙酸钠：分析纯。

2.1.2 甲醇：优级纯。

2.1.3 石油醚：分析纯。

2.1.4 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。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.2.2 超声波清洗器。

2.2.3 离心机。

2.3 试样处理：取20粒以上胶囊并将内容物混匀，准确称取适量混匀试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声10min，取出后用甲醇定容至刻度，混匀后以3000rpm离心3min，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.4 液相色谱参考条件

2.4.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm，5μm。

2.4.2 柱温：室温。

2.4.3 紫外检测器：检测波长215nm。

- 2.4.4 流动相：甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。
- 2.4.5 流速：1.0mL/min。
- 2.4.6 进样量：10μL。
- 2.4.7 色谱分析：取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，测定。
- 2.5 标准曲线：分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50mg/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，作标准曲线。
- 2.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

式中：

X—试样中红景天苷的含量，mg/100g；

C—试样溶液浓度，mg/mL；

V—试样定容体积，mL；

m—试样称样量，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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 麦冬提取物

项 目	指 标
来源	麦冬 <i>Ophiopogon japonicus</i> Ker-Gawl.的干燥块根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（10倍量水煮沸状态下提取3次，分别2h、1.5h、1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度150～160℃，出口温度80～90℃）、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	10
感官要求	棕黄色粉末
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥10.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	大花红景天 <i>Rhodiola crenulata</i> (Hook.f.et Thoms.)H. Ohba的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经投料、提取（10倍量70%乙醇回流提取3次，每次2h）、浓缩、真空干燥（0.07MPa，80℃）、粉

	碎、包装等主要工艺加工制成
提取率, %	10
感官要求	棕色粉末
红景天苷, %	≥ 3.0
水分, %	≤ 5.0
灰分, %	≤ 5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤ 1.5
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	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

3. 牡蛎提取物

项 目	指 标
来源	牡蛎肉
制法	经捣碎、提取(4倍量水煎煮提取3次, 每次2h)、浓缩、真空干燥(0.7MPa, 80℃)、包装等主要工艺加工制成
提取率, %	8
感官要求	棕黄色粉末
牛磺酸, %	≥ 0.8
水分, %	≤ 5.0
灰分, %	≤ 5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤ 1.5
总汞(以Hg计), mg/kg	≤ 0.3
镉(以Cd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	≤ 30000
大肠菌群, MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50
沙门氏菌	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

4. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参Panax quinquefolium L. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取(75%乙醇回流提取3次, 分别10倍量2h、8倍量1.5h、8倍量1.5h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进口温度150~160℃, 出口温度80~90℃)、粉碎、包装等主要工艺加工制成
提取率, %	12
感官要求	棕色粉末
总皂苷(以人参皂苷Re计), %	≥ 10.0
水分, %	≤ 5.0
灰分, %	≤ 5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤ 1.5

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

5. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改