

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G20200653

仟普安牌西洋参枸杞片

- 【原料】 西洋参、枸杞子提取物、淫羊藿提取物、灵芝提取物、制何首乌提取物
- 【辅料】 预胶化淀粉、微晶纤维素、二氧化硅、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（西洋参，⁶⁰Co，5kGy）、粉碎、过筛、混合、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	棕黄色至棕褐色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，片面完整光洁
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.01~0.15	1 总蒽醌的测定
灰分，g/100g	≤8	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 总蒽醌测定

- 1.1 仪器：TU-1800紫外-可见分光光度计。
- 1.2 试剂
- 1.2.1 醋酸镁。
- 1.2.2 0.6%醋酸镁甲醇溶液：取0.6g醋酸镁加甲醇定容到100mL即得。
- 1.2.3 1,8-二羟基蒽醌标准溶液：称取8mg1,8-二羟基蒽醌，加甲醇溶解并定容至50mL，即得。
- 1.3 实验方法和操作步骤
- 1.3.1 1,8-二羟基蒽醌标准溶液配置：称取8mg1,8-二羟基蒽醌，加甲醇溶解并定容至50mL，即得0.16mg/mL的1,8-二羟基蒽醌标准溶液。
- 1.3.2 1,8-二羟基蒽醌标准曲线：吸取1,8-二羟基蒽醌标准溶液0.4、0.6、0.8、1.0、1.2mL于10mL比色管中，加0.6%醋酸镁甲醇溶液至刻度，摇匀，于波长520nm比色。
- 1.3.3 试样处理：取本品内容物约2g，精密称定，置于100mL锥形瓶中，精密加入氯仿40mL和2.5mol/L的硫酸溶液15mL，置沸水浴中回流2.5h，取出放至室温，用分液漏斗分出氯仿，并用氯仿洗涤两次，合并氯仿液，置水浴上蒸干，残渣用甲醇溶解至10mL容量瓶中，取续滤液1mL置10mL容量瓶中用0.6%醋酸镁甲醇溶液定容至刻度，摇匀，将上述溶液和标准液于波长520nm测定吸收值。
- 1.4 结果计算：根据标准液的浓度和吸光度拟合回归方程，再根据试样的吸光度在在线性方程上求的样品溶液中总蒽醌的浓度，据此计算试样中总蒽醌含量。

$$X = \frac{c \times n}{m} \times 100\%$$

式中：

- X—总蒽醌含量，%；
- c—在回归曲线上算得的样品溶液的浓度；
- n—样品的稀释倍数；
- m—样品的取样重量。

【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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.8	1 总皂苷的测定
淫羊藿苷，g/100g	≥0.25	2 淫羊藿苷的测定

1 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））

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。

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: 购自中国食品药品检定研究院。

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: 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。

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;

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。

2 淫羊藿苷的测定

2.1 仪器

2.1.1 液相: 岛津LC-10ATvp型泵, SPD-10Avp型检测器。

2.1.2 色谱柱: Inertsil C_{18} (4.6*250mm, 5μm)。

2.2 色谱条件

2.2.1 流动相: 乙腈-水 (30:70)。

2.2.2 检测波长: 270nm。

2.2.3 流速: 1mL/min。

2.2.4 柱温: 30℃。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取淫羊藿苷对照品适量, 加甲醇制成每1mL含60μg的溶液, 摇匀, 即得。

2.4 样品溶液的制备: 取本品内容物, 粉碎过80目筛, 混匀, 取约0.5g, 精密称定, 置25mL容量瓶中, 加稀乙醇适量, 超声处理15min, 放冷, 加稀乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.5 样品测定：分别吸取对照品溶液和样品溶液各10μL，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算含量。

【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. 西洋参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 枸杞子提取物

项 目	指 标
来源	茄科植物宁夏枸杞 <i>Lycium barbarum</i> L. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煮沸提取2次，分别1.5h、1h）、过滤、合并滤液、减压浓缩（至相对密度约为1.1~1.2，60℃）、减压干燥（65±5℃，-0.6MPa~-0.1MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
得率（出膏率），%	约25
感官要求	黄色至棕黄色粉末
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥20
粒度	95%以上通过80目
水分，g/100g	≤5.0
灰分，g/100g	≤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	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	小檗科植物淫羊藿 <i>Epimedium brevicornu</i> Maxim.、箭叶淫羊藿 <i>Epimedium sagittatum</i> (Sieb. et Zucc.) Maxim.、柔毛淫羊藿 <i>Epimedium pubescens</i> Maxim. 或朝鲜淫羊藿 <i>Epimedium koreanum</i> Nakai 的干燥叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（12倍量70%乙醇煮沸提取2次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩（至相对密度约为1.1~1.2，60℃）、减压干燥（60±5℃，-0.6MPa~-0.1MPa）、过筛、粉碎、包装等主要工艺加工制成
得率（出膏率），%	约10

感官要求	褐色至棕褐色粉末
淫羊藿苷, g/100	≥5
粒度	95%以上通过80目
水分, g/100g	≤5.0
灰分, g/100g	≤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	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. ex Fr.) Karst. 的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(8倍量水煮沸提取3次, 每次1 h)、减压浓缩(至相对密度约为1.1~1.2, 60℃)、减压干燥(60℃, -0.08MPa)、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
得率(出膏率), %	约10
感官要求	棕黄色粉末
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥10
粒度	95%以上通过80目
水分, g/100g	≤5.0
灰分, g/100g	≤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	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 制何首乌提取物

项 目	指 标

来源	寥科植物何首乌Polygonum multiflorum Thunb. 的干燥块根的炮制加工品 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水微沸提取2次，每次2h）、减压浓缩（至相对密度约为1.1~1.2，60℃）、减压干燥（65℃±5℃，-0.6MPa~-0.1MPa）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
得率（出膏率），%	约18
感官要求	黄棕色至棕褐色粉末
总蒽醌，g/100g	≥0.3
粒度	95%以上通过80目
水分，g/100g	≤5.0
灰分，g/100g	≤8.0
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	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 预胶化淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。