

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190486

薪葆德源牌黄芪三七人参胶囊

- 【原料】 黄芪提取物、三七提取物、人参提取物、红花提取物
- 【辅料】 玉米淀粉、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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	胶囊，外观完整光洁；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	GB 5009.3
灰分，%	≤5	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	≥3.8	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.3	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外,均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 乙醇溶液(800mL/L): 20mL水中加入无水乙醇80mL,混匀。

1.1.2 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。

1.1.3 铜储备液: 称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠,加入溶解并稀释至1L,混匀,备用。

1.1.4 铜试剂溶液: 取铜储备液50mL,加水50mL,混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.1.5 洗涤剂: 取水50mL,加入10mL氢氧化钠溶液,混匀。

1.1.6 硫酸溶液(100mL/L): 取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中,混匀,冷却后稀释至1L。

1.1.7 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个月。

1.1.8 葡聚糖标准储备溶液: 精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品用水溶解,并定容至50mL,混匀,置冰箱中保存。此溶液每mL含葡聚糖10.0mg。

1.1.9 葡聚糖标准使用液: 吸取葡聚糖标准储备液1.00mL,置于100mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,置冰箱中保存。此溶液每mL含葡聚糖0.10mg。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 标准曲线制备：精密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、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、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比色杯测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取：准确取样品2g，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液，收集余下的续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：精密取1.4.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后，以3000r/min离心5min，充去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.4.3 沉淀葡聚糖：精密取1.4.2项下终溶液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，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，充上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用浓硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.5 样品测定：精密吸取样品测定液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，冷却至室温后用分光光度计在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质量，计算样品粗多糖含量。同时作样品空白试验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{M \times V_2 / V_1 \times V_4 / V_3 \times V_6 / V_5}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计)，mg/g；

M—样品量，g；

W_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

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：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。
- 2.3.2 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. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪
制法	应符合《中华人民共和国药典》的规定 经洗净、破碎、提取（8倍量水浸泡1h，加热提取3h，药渣加入8、6倍量水提取2次，分别1.5h、1h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成

得率，%	16.7左右
感官要求	黄色固体粉末
粒度	80目
黄芪多糖，%	≥15
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
志贺氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 三七提取物

项 目	指 标
来源	三七 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经洗净、破碎、提取（8倍量70%乙醇浸泡1h，回流提取3h，药渣加入8、6倍量70%乙醇提取2次，分别1.5h、1h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成
得率，%	12.5左右
感官要求	棕黄色固体粉末
粒度	80目
总皂苷，%	≥15
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
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	≤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

3. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经洗净、破碎、提取（8倍量水浸泡1h，加热提取3h，药渣加入8、6倍量水提取2次，分别1.5h、1h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成
得率，%	20左右
感官要求	棕黄色固体粉末
粒度	80目
总皂苷，%	≥5
水分，%	≤5
灰分，%	≤5
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	≤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

4. 红花提取物

项 目	指 标
来源	红花 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经洗净、破碎、提取（8倍量70%乙醇浸泡1h，回流提取3h，药渣加入8、6倍量70%乙醇提取2次，分别1.5h、1h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成
得率，%	10左右
感官要求	棕红色固体粉末
粒度	80目
羟基红花黄色素，%	≥5
水分，%	≤5
灰分，%	≤5

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	≤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。

6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
