

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110507

悦康牌金银花罗汉果西洋参含片

- 【原料】 罗汉果提取物、胖大海提取物、金银花提取物、西洋参提取物、甘草浸膏、薄荷脑
- 【辅料】 山梨醇、D-甘露糖醇、硬脂酸镁、桔子香精、95%食用酒精
- 【生产工艺】 本品经粉碎、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】 药品包装用铝箔应符合YBB00152002的规定，聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005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	棕色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	圆形片剂
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
溶化性，min	>10	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12

总砷(以As计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
致病菌(指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11

【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), mg/100g	≥200	1 总皂苷的测定
绿原酸, mg/100g	≥60	2 绿原酸的测定

1 总皂苷的测定

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 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。

1.4 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%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3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL 70%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。

1.5 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL 5%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。

1.6 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“3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.7 结果计算

$$X = A_1/A_2 \times C \times V/m \times 100/1000 \times 1/1000$$

式中：

X—试样中总皂苷量（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 绿原酸的测定

2.1 原理：样品中的绿原酸酸性水超声提取，液相色谱C18柱分离，相对保留时间定性、峰面积外标法定量。

2.2 试剂

2.2.1 0.1000mol/L盐酸。

2.2.2 冰醋酸：优级纯。

2.2.3 乙腈：色谱纯。

2.2.4 绿原酸标准溶液：精密称取绿原酸标准品（购自中国食品药品检定研究院，纯度≥98%）10mg，用蒸馏水溶解并定容为100.0mL，摇匀，此液每1mL含绿原酸100μg；

2.3 仪器

2.3.1 Waters-2690 HPLC系统：附996紫外检测器。

2.3.2 超声波提取器。

2.3.3 实验室常用玻璃仪器。

2.4 样品处理：精密称取固体样品（样品直接粉碎）约1.0g左右，加少量蒸馏水，加2.0mL 0.1000mol/L盐酸，用蒸馏水定容为50.0mL，超声波提取5~10min，过滤，滤液过0.45μm水相滤膜，滤液既为样品处理液。

2.5 样品测定：在下述色谱条件下分别进标准溶液和样品处理液10μL，峰面积外标法定量。

2.6 色谱条件

2.6.1 色谱柱：C18柱，4.6×200mm。

2.6.2 流动相：水-乙腈-冰醋酸=63:37:0.15。

2.6.3 流速：1.0mL/min。

2.6.4 检测波长：290nm。

2.7 结果计算

$$X = (A \times C_{\text{标}} \times V) / (A_{\text{标}} \times m)$$

式中：

X—样品中绿原酸的含量，mg/g；

m—样品质量，g；

C_标—标准溶液中绿原酸的浓度，mg/mL；

V—样品溶液稀释体积，mL；

A—样品溶液绿原酸峰值面积；

A_标—标准溶液绿原酸峰值面积。

【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. 罗汉果提取物

项 目	指 标
来源	罗汉果饮片 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（加水煎煮两次，第一次加10倍量水煎煮2h，第二次加8倍量水煎煮1.5h）过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度160~180℃，出口温度80℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
得率	19±1.0
感官要求	棕黄色粉末
粒度	80目
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤7.0
三萜苷，%	≥4.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群	不得检出
致病菌	不得检出

2. 胖大海提取物

项 目	指 标
来源	胖大海饮片 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（加水提取两次，第一次加10倍量煎煮2h，第二次加8倍量煎煮1.5h）、过液、浓缩、喷雾干燥（进口温度160~180℃，出口温度80℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
得率	21±1.0
感官要求	黄色粉末
粒度	80目
干燥失重，%	≤6.0
灰分，%	≤7.0

多糖，%	≥20
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群	不得检出
致病菌	不得检出

3. 金银花提取物

项 目	指 标
来源	金银花 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（分别加10、8倍量水提取两次，每次1 h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度160~180℃，出口温度80℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
得率	12±1.0
感官要求	浅黄色粉末
粒度	80目
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
绿原酸，%	≥2.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群	不得检出
致病菌	不得检出

4. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（70%乙醇回流提取两次，第一次10倍量回流2h，第二次8倍量回流1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进口温度160~180℃，出口温度80℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
得率	14±1.0
感官要求	淡棕黄色粉末，微苦并有令人愉悦的气味
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
总皂苷，g/100g	≥10
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤50
大肠菌群	不得检出
致病菌	不得检出

5. 甘草浸膏：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 薄荷脑：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 山梨醇：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. D-甘露糖醇：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。

10. 桔子香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。
 11. 95%食用酒精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-