

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G20080073

奥养安牌黄芪白术胶囊

【原料】 黄芪、白术、蒲公英、吴茱萸、白芷、白及

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经粉碎、辐照灭菌（⁶⁰Co，7kGy）、提取（5、4倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h；10倍量水煎煮2h，8倍量水煎煮1h）、浓缩、混合、干燥（65℃）、制粒、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】 铝箔应符合YBB00152002的规定，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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
状态	硬胶囊，外观光滑、完整，无破裂；内容物为颗粒；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，%	≤10.0	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	≤0.1	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	≤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）， m g/100g	≥399	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计）， g/100g	≥2.40	2 粗多糖的测定

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

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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, 用水浴溶解残渣, 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。

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。

计算结果保留二位有效数字。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：样品中多糖经沸草酸水溶液提取，乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及其杂质，在硫酸沸水浴中加热脱水生成羟甲基呋喃甲醛（羟甲基糖醛），再与蒽酮缩合生成蓝色化合物，以比色法求其含量。

2.2 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。

2.2.1 无水葡萄糖。

2.2.2 乙醇。

2.2.3 蒽酮。

2.2.4 浓硫酸。

2.2.5 葡萄糖标准液：精密称取经98~100℃干燥至恒重的无水葡萄糖1.0000g，加水溶解后定容至1000mL，此溶液葡萄糖含量为1mg/mL。用前稀释10倍（0.1mg/mL），现用现配。

2.2.6 0.2%硫酸蒽酮溶液：取蒽酮0.2g，加浓硫酸100mL使溶解即得，贮于棕色瓶中。临用新配。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 离心机：4000r/min。

2.3.3 水浴锅。

2.4 标准曲线的绘制：精密量取葡萄糖标准液（0.1mg/mL）0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.6、0.8、1.0mL于具塞比色管中，加水至1mL，加入蒽酮试液5.0mL，摇匀，置沸水浴中加热10min，取出，自来水冷却至室温，静置30min，在620nm波长处测定吸光度值，绘制标准曲线。

2.5 供试样品溶液制备：准确称取均匀研碎的样品粉末2.5g，置于100mL的离心瓶中，加15mL热水，在沸水浴中加热30min后过滤，定容。取此溶液15mL，加75mL无水乙醇搅拌均匀。在离心机中以4000r/min离心10min，并小心弃去上清液，再加15mL热水（温度>90℃）冲洗离心瓶中沉淀物，或用1.5mL热水冲洗离心管中沉淀物，重复一次后再以4000r/min离心10min，小心地用吸管将上层液体吸去。用玻璃棒将沉淀物取出并转移至500mL酸水解瓶底部，取50mL热水（温度>90℃），其中部分用来冲洗离心瓶中剩余的沉淀物，将沉淀物一并转移至500mL酸水解瓶中，加入15mL浓盐酸于酸水解瓶中，开启冷凝水，在沸水浴中加热2h，然后转移至100mL容量瓶中，加水定容。用滤纸过滤，滤液为待测液。

2.6 样品测定：准确吸取样品待测液10mL，照1.4项标准曲线的绘制步骤于620nm波长处，测定吸光度值，并计算粗多糖含量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m_2 \times 1000} \times F \times n \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡萄糖计），g/100g；

m_1 —由标准曲线查得样品液含糖质量，mg；

m_2 —样品质量，g；

n—稀释倍数；

F—换算因子。

换算因子的测定：准确称取被测物质的纯品20mg，置于100mL容量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，吸取0.2~0.4mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，按上法测定。从标准曲线中查出供试液中相当于标准葡萄糖的质量（mg）。

$$F = \frac{m}{m_1 \times n}$$

式中：

m—多糖纯品的质量，mg；

m_1 —多糖纯品供试液中相当于标准葡萄糖的质量，mg；

n—供试液的稀释倍数。

【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、白术、蒲公英、吴茱萸、白芷、白及、明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
