

## 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G20090204

## 天远牌人参灵芝红景天片

【原料】 红景天提取物、沙棘提取物、灵芝提取物、人参提取物

【辅料】 乳糖、羟丙甲纤维素、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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；塑料防盗瓶盖应符合GB/T 17876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	包衣透明，片芯呈棕黄色，有斑点
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	薄膜包衣片
杂质	无肉眼可见的杂质

【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，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤8	GB 5009.4
崩解时间，min	≤60	《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	≤0.1	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	≤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	≥1.3	1 总皂苷的测定
红景天苷, mg/100g	≥320	2 红景天苷的测定

## 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<sub>1</sub>—被测液的吸光度值;

A<sub>2</sub>—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 红景天苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 原理: 混匀的试样经70%乙醇回流超声波提取, 聚酰胺柱净化后, 以0.01mol/L NH<sub>4</sub>Ac-甲醇为流动相(80:20), 采用高效液相色谱法, 紫外检测器, 根据保留时间定性, 标准曲线法定量检测。

### 2.2 试剂

实验用水为重蒸水。

2.2.1 乙酸钠: 分析纯。

2.2.2 甲醇: 优级纯。

2.2.3 石油醚: 分析纯。

2.2.4 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。

### 2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)。

2.3.2 超声波清洗器。

2.3.3 离心机。

2.3.4 聚酰胺净化柱: 用5mL玻璃注射器(长75mm, 内径12mm)做层析柱, 底部放少许脱脂棉, 内装层析用聚酰胺粉1.0g。

### 2.4 分析步骤

2.4.1 试样处理: 取20粒片试样进行粉碎混匀, 准确称取适量试样(精确至0.001g), 用70%乙醇超声波萃取30min, 定容至25mL, 混匀, 静置后取10.00mL上清液于蒸发皿中, 于沸水浴上挥干溶剂, 用3mL水(3~4次)溶解残渣并转移至聚酰胺柱上, 袋过柱后再用10mL水分数次洗脱柱中吸附的红景天苷, 控制洗脱液流速为0.5~0.8mL/min, 收集所有的洗脱液, 定容至10.00mL, 混匀后经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

## 2.4.2 液相色谱参考条件

2.4.2.1 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，4.6×250mm，5μm。

2.4.2.2 柱温：室温。

2.4.2.3 紫外检测器：检测波长215nm。

2.4.2.4 流动相：甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

2.4.2.5 流速：1.0mL/min。

2.4.2.6 进样量：10μL。

2.4.2.7 色谱分析：取10μL标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.4.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/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，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

## 2.4.4 结果计算

$$X = \frac{C \times V}{m \times 1000}$$

式中：

X—试样中红景天苷的含量，mg/g；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留2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”项下片剂的规定。

### 【原辅料质量要求】

#### 1. 红景天提取物：

项 目	指 标
来源	景天科植物大花红景天 <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	经提取（分别8、8、6倍量85%乙醇70~75℃回流提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140~160℃，出风温度65~85℃）、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色均匀干燥粉末，具本品特有的香味，无异味，无结块，无肉眼可见的外来杂质
提取率，%	25
红景天苷，%	≥2.0
粒度	100%通过80目筛
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3
总汞（以Hg计），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. 沙棘提取物:

项 目	指 标
来源	胡颓子科植物沙棘 <i>Hippophae rhamnoides L.</i> 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(分别8、8、6倍量70%乙醇70~75℃回流提取3次,每次1.5h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度140~160℃,出风温度65~85℃)、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	棕色均匀干燥粉末,具本品特有的香味,无异味,无结块,无肉眼可见的外来杂质
提取率, %	15
总黄酮, %	≥10.0
粒度	100%通过80目筛
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
总汞(以Hg计), 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

3. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌赤芝 <i>Ganoderma lucidum (Leyss. ex Fr.) Karst.</i> 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别8、8、6倍量水80℃提取3次,每次1.5h)、过滤、浓缩、醇沉(加无水乙醇至含醇量60%,静置,取沉淀物)、微波干燥(60~65℃,出风温度65~85℃)、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	棕色均匀干燥粉末,具本品特有的香味,无异味,无结块,无肉眼可见的外来杂质
提取率, %	8
灵芝多糖, %	≥10.0
粒度	100%通过80目筛
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3

总汞(以Hg计), 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

#### 4. 人参提取物

项 目	指 标
来源	五加科植物人参 <i>Panaxginseng</i> C. A. Mey. 的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别8、8、6倍量70%乙醇70~75℃回流提取3次, 每次1.5h)、过滤、浓缩、干燥(60~65℃)、粉碎等主要工艺加工制成
感官要求	淡黄色均匀干燥粉末, 具本品特有的香味, 无异味, 无结块, 无肉眼可见的外来杂质
提取率, %	10
总皂苷, %	≥10.0
粒度	100%通过80目筛
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤0.5
总砷(以As计), mg/kg	≤0.3
总汞(以Hg计), 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. 乳糖: 应符合GB 25595《食品安全国家标准乳糖》或《中华人民共和国药典》的规定。

6. 羟丙甲纤维素: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 硬脂酸镁: 应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》或《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