

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20090615

协合牌西洋参黄芪胶囊

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、西洋参提取物、黄芪提取物、山茱萸提取物
- 【辅料】 微晶纤维素、二氧化硅、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；铝塑封口垫片应符合YBB00212004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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观完整，表面光滑，无破损；内容物为粉末状
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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤15	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

【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
蛋白质, g/100g	≥16	GB 5009.5
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥5.22	1 总皂苷的测定
10-羟基-2-癸烯酸, g/100g	≥1.87	2 10-羟基-2-癸烯酸的测定

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；

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 10-羟基-2-癸烯酸的测定

2.1 原理：样品中的10-羟基-2-癸烯酸用甲醇或二氯甲烷提取，用高效液相色谱仪测定，以反相色谱柱分离，用紫外检测器检测，以外标法定量。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪

2.2.2 超声振荡器

2.2.3 微孔过滤器（0.45μm滤膜）

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯

2.3.2 水：三蒸水，经Milli-Q超纯处理

2.3.3 二氯甲烷：分析纯

2.3.4 磷酸：优级纯

2.3.5 10-羟基-2-癸烯酸标准品：购自中国食品药品检定研究院

2.3.6 30%氢氧化钠

2.3.7 1mol/L盐酸

2.3.8 标准储备液：准确称取10-羟基-2-癸烯酸标准品12.5mg，置于25mL容量瓶中，用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度，此储备液每1mL含10-羟基-2-癸烯酸0.5mg。

2.4 样品处理：精密称取0.25g样品，准确至0.0001g，加入0.5mL0.03mol/L磷酸及0.1mL重蒸水，用涡流混匀器混匀，加入7mL无水乙醇，混匀后移入25mL容量瓶中，再加入5.0mL内标液，用无水乙醇定容至刻度，立即在超声波水浴上混合15min，然后在离心机上以3000r/min离心10min，取上清液待测。

2.5 色谱条件

- 2.5.1 色谱柱：Hypersil ODS2 4.6×20mm，5μm。
- 2.5.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2(v/v)
- 2.5.3 检测波长：210nm
- 2.5.4 灵敏度：0.001
- 2.5.5 流速：1mL/min
- 2.5.6 进样量：10~20μL
- 2.6 标准曲线的制备：分别准确吸取标准储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL，分别置于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-羟基-2-癸烯酸浓度分别为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入高效液相色谱仪中，以10-羟基-2-癸烯酸峰面积为纵坐标，标准品浓度为横坐标，绘制标准曲线。
- 2.7 样品测定：样品处理液经0.45μm滤膜精滤后，取10~20μL注入高效液相色谱仪，测定，记录峰面积，在标准曲线上查出样品处理液中10-羟基-2-癸烯酸的质量。
- 2.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

X—样品中10-羟基-2-癸烯酸的含量，g/100g；

m₁—根据标准曲线查得的样品处理液中10-羟基-2-癸烯酸的质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

000000—μg换算成g的换算因子。

【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】

- 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。
- 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》的规定
制法	经前处理、提取（10倍量70%乙醇回流提取2次，每次2小时）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度170~180℃，出风温度80~90℃）、过筛、包装等工艺制成
提取率，%	15~17
感官要求	浅黄色至棕黄色粉末
总皂苷，%	≥25
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
细度，目	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
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/100g	≤40
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经前处理、提取（8倍量70%乙醇回流2次，每次2小时）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度170~180℃，出风温度80~90℃）、过筛、包装等工艺制成
提取率，%	12~15
感官要求	棕黄色粉末
黄芪甲苷，%	≥0.3
水分，%	≤5.0
重金属，%	≤0.1
细度，目	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
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/100g	≤40
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 山茱萸提取物

项 目	指 标
来源	山茱萸 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经前处理、提取（9倍量纯化水100℃提取2次，每次1.5小时）、过滤、浓缩、醇沉（4倍量95%乙醇，静置4小时，离心分离）、干燥（70~80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	9~11
感官要求	棕色粉末
多糖，%	≥15
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
细度，目	80
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
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/100g	≤40
霉菌和酵母，CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。
7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。