

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230070

仙草集牌蜂王浆西洋参玛咖片

【原料】 蜂王浆冻干粉、玛咖粉（经辐照）、西洋参提取物

【辅料】 微晶纤维素、羧甲淀粉钠、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、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】 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	浅黄色至黄色
滋味、气味	具有产品应有的滋味和气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
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
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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤9.0	GB 5009.3中“第二法 减压干燥法”
灰分，%	≤10	GB 5009.4
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
总皂苷（以人参皂苷Re计）， g/100g	≥1.40	1 总皂苷的测定
10-羟基- α -癸烯酸, g/100g	≥0.65	2 10-羟基- α -癸烯酸的测定

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 人参皂苷标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品20mg, 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 样品处理: 称取1.000g左右的样品, 放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3cm高的Amberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm高的中性氧化铝。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已处理好的样品溶液(见1.3.1), 用25mL的水洗柱, 以洗去糖份等水溶性杂质, 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0.2mL 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, 混匀后称入5mL带塞离心管中, 放在60℃以下的水浴加热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。

1.3.4 标准管: 吸取人参皂苷标准溶液(2.0mg/mL) 100 μ L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，与样品相同。测定吸光度值。

1.4 计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times 100}{m \times A_2 \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—样品中总皂苷量(以人参皂苷Re计)，g/100g；

A₁—标准液的吸光度值；

A₂—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg

V—样品稀释体积，mL；

m—样品质量，g；

计算结果保留二位有效数字。

2 10-羟基-α-癸烯酸的测定

2.1 仪器

2.1.1 高压液相色谱仪：BIO-ROD700；UV1706多波紫外检测器。

2.1.2 超声震荡器。

2.1.3 微孔过滤器（滤膜0.45μm）。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯。

2.2.2 水：三蒸水，经Milli-Q超纯处理。

2.2.3 烷：（分析纯）。

2.2.4 酸：（优级纯）。

2.2.5 标准品：10-羟基-α-癸烯酸（10-HAD）：中国食品药品检定研究院。

2.2.6 30%氢氧化钠。

2.2.7 1mol/L盐酸。

2.2.8 标准溶液：准确称取10-羟基-α-癸烯酸标准品12.5mg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含癸烯酸为0.5mg。

2.3 测定步骤

2.3.1 样品处理：准确称取100~200mg样品于25mL容量瓶中加甲醇溶解并稀释至刻度，超声助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

2.3.2 谱分离条件：

2.3.2.1 色谱柱：Hypersil ODS 24.6mm×200mm, 5μm。

2.3.2.2 流动相：甲醇+水+磷酸=50+50+0.2（体积比）

2.3.2.3 监测器波长及灵敏度：210nm；0.001。

2.3.2.4 流速：1mL/min。

2.3.2.5 进样量：10~20μL。

2.3.3 准曲线的绘制：分别准确吸取储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度使10-HAD浓度为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入HPLC中。以10-HAD峰面积为纵坐标，标准浓度为横坐标绘制标准曲线图。

2.3.4 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45μm）精滤后，取10~20μL于HPLC进样测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的10-HAD的质量。

2.4 结果计算

$$10\text{-HAD}\% = \frac{m_1 \times n}{m \times 1000000} \times 100$$

式中：

m₁—由标准曲线上查出相应的10-HAD质量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g或mL；

1000000—μg换算成g。

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. 蜂王浆冻干粉

项 目	指 标
来源	蜂王浆
制法	经稀释（纯化水）、搅拌、静置、粗滤（100目）、静置、膜滤（0.22μm）、冷冻干燥、粉碎、过80目筛、检验，包装等主要工艺制成
得率，%	33左右
10-羟基- α -癸烯酸，%	≥ 5.0
感官要求	淡黄色粉末
水分，%	≤ 3.0
灰分，%	≤ 3.0
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	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

2. 玛咖粉（经辐照）：应符合下表规定，其余指标应符合《关于批准玛咖粉作为新资源食品的公告》（卫生部2011年第13号）的规定。

项 目	指 标
制法	经挑选、清洗、切片（厚度在1-2mm）、干燥（ $60 \pm 2^\circ\text{C}$ ，24h）、粉碎、过100目筛、包装、辐照（ ^{60}Co ，5kGy）、检验合格后入库等主要工艺制成
得率，%	88
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	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

3. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参
制法	经预处理、提取（第一次用10倍量70%乙醇回流提取1.5h；第二次、第三次用8倍量的70%乙醇提取1.0h）、过滤、真空浓缩、回收乙醇、喷雾干燥（进口温度160-165 $^\circ\text{C}$ ，出口温度85 $^\circ\text{C}$ -90 $^\circ\text{C}$ ）、粉碎、过80目筛、检验，包装、成品入库等主要工艺制成
得率，%	12.0
感官要求	粉末
皂苷，%	≥ 10
水分，%	≤ 5.0

灰分, %	≤5.0
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. 微晶纤维素: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 羧甲淀粉钠: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 二氧化硅: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-