

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110622

瀚生堂牌人参黄芪胶囊

- 【原料】 人参提取物、黄芪提取物、葛根提取物、知母提取物
- 【辅料】 玉米淀粉、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】 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	内容物呈浅黄色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，表面光滑，无破损；内容物为粉末
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 取本粉末5g，加甲醇25mL，超声处理30min，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇5mL使溶解，作为供试品溶液。另取葛根素对照品，加甲醇制成每1mL含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》四部）试验，吸取上述两种溶液各10μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以三氯甲烷-甲醇-水（7：2.5：0.25）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光条斑。

【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	≤1.5	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	≤0.01	GB/T 5009.19

滴滴涕，mg/kg	≤0.01	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	≥0.85	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥4.0	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 试剂

除特殊注明外，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。

2.1.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.1.2 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

2.1.3 铜储备液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀，备用。

2.1.4 铜试剂溶液：取铜储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

2.1.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL氢氧化钠溶液，混匀。

2.1.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

2.1.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

2.1.8 葡聚糖标准储备液：精密称取分子量5×10⁵、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

2.1.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 离心机。

2.2.3 旋转混匀器。

2.3 标准曲线制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色杯测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.4 样品处理

2.4.1 样品提取：准确称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.4.2 沉淀粗多糖：精密取2.4.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3~4次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

2.4.3 沉淀葡聚糖：精密取2.4.2项下终滤液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，置沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，操作3次后，残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

2.5 样品测定：精密吸取样品测定液 2.0mL，置于 25mL 比色管中，加入 50g/L 苯酚溶液 1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸 10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸 2min，冷却至室温后用分光光度计在 485nm 波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm 比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。

2.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

- X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；
- m₁—样品测定液中葡聚糖质量，mg；
- m₂—样品空白液中葡聚糖质量，mg；
- m₃—样品称样量，g；
- V₁—样品提取液总体积，mL；
- V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
- V₃—粗多糖溶液体积，mL；
- V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；
- V₅—样品测定液总体积，mL；
- V₆—测定用样品测定液体积，mL。

【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	以黄芪为原料，经粗碎、提取（水微沸提取3次，每次8倍水1h，过滤，合并滤液）、浓缩、喷雾干燥（进风温度：140℃，排风温度：70℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率（得率），%	约13
感官要求	黄色粉末，具本品特有气味
目数	80目
黄芪多糖，%	≥16
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
鉴别（黄芪甲苷）	符合规定
重金属（以Pb计），ppm	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 葛根提取物

项目	指标
来源	葛根
	应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	以葛根为原料，经粗碎、提取（50%乙醇回流提取2次，每次8倍溶剂1.5h，过滤，合并滤液）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150℃，排风温度70~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率（得率），%	约20
感官要求	浅褐色粉末，具本品特有气味
目数	80目
葛根黄酮，%	≥15
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
鉴别（葛根素）	符合规定
重金属（以Pb计），ppm	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 知母提取物

项目	指标
来源	知母
	应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	以知母为原料，经粗碎、提取（50%乙醇回流提取3次，每次10倍溶剂1h，过滤，合并滤液）、浓缩、喷雾干燥（进风温度140℃，排风温度70~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率（得率），%	约21
性状	黄棕色至棕色粉末，具本品特有气味
目数	80目
知母皂苷，%	≥8
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
鉴别（知母皂苷 BII）	符合规定
重金属（以Pb计），ppm	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
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	人参

	应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	以人参为原料，经粗碎、提取（70%乙醇回流提取2次，每次8倍溶剂3h，过滤、合并滤液）、喷雾干燥（进风温度150℃，排风温度80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率（得率），%	15
感官要求	淡黄白色粉末，具本品特有气味
目数	80目
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥5
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
鉴别（人参皂苷Rb ₁ 、Rg ₁ 、Re）	符合规定
重金属（以Pb计），ppm	≤1.5
砷（以As计），mg/kg	≤1.0
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 玉米淀粉、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
