

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100115

同仁堂牌红景天刺五加胶囊

- 【原料】 刺五加提取物、牛磺酸 、茶多酚、红景天提取物
- 【辅料】 微晶纤维素
- 【生产工艺】 本品经混合、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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定；药品包装用PTP铝箔应符合YBB00152002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	内容物呈黄色至黄棕色
滋味、气味	气微，味微苦、酸
性状	硬胶囊，表面光滑；内容物为粉末或颗粒
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，g/100g	≤9.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤5.0	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
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
红景天苷, g/100g	≥0.13	1 红景天苷的测定
茶多酚, g/100g	≥8.0	2 茶多酚的测定
牛磺酸, g/100g	≥12.0	GB 5009.169

1 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））

1.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限：0.02μg。

本方法的线性范围：0.01~0.50μg/mL。

1.2 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

1.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.3.1 乙酸钠：分析纯。

1.3.2 甲醇：优级纯。

1.3.3 石油醚：分析纯。

1.3.4 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。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 离心机。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理

1.5.1.1 液体试样：准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中，先加入25mL甲醇，超声10min后用甲醇定容至刻度，混匀，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.1.2 固体试样：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.5.2 液相色谱参考条件

- 1.5.2.1 色谱柱： C_{18} 柱， $4.6 \times 250\text{mm}$ ， $5\mu\text{m}$ 。
- 1.5.2.2 柱温：室温。
- 1.5.2.3 紫外检测器：检测波长 215nm 。
- 1.5.2.4 流动相：甲醇： 0.02mol/L 乙酸钠溶液=9:91。
- 1.5.2.5 流速： 1.0mL/min 。
- 1.5.2.6 进样量： $10\mu\text{L}$ 。
- 1.5.2.7 色谱分析：取 $10\mu\text{L}$ 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。
- 1.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为 0.0 、 0.01 、 0.02 、 0.05 、 0.20 、 $0.50\mu\text{g/mL}$ 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。
- 1.5.4 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

- X—试样中红景天苷的含量， mg/g ；
 h_1 —试样峰高或峰面积；
C—标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
V—试样定容体积， mL ；
 h_2 —标准溶液峰高或峰面积；
m—试样质量， g 。

计算结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

- 1.6.1 准确度：方法的回收率在 $91.7 \sim 98.6\%$ 之间。
- 1.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 $\pm 10\%$ 。

2 茶多酚的测定

2.1 试剂

- 2.1.1 硫酸亚铁：分析纯。
- 2.1.2 酒石酸钾钠：分析纯。
- 2.1.3 磷酸氢二钠：分析纯。
- 2.1.4 磷酸二氢钾：分析纯。
- 2.1.5 蒸馏水。
- 2.1.6 没食子酸乙酯：购自Sigma公司，纯度 $\geq 96\%$ 。
- 2.1.7 酒石酸铁溶液：称取硫酸亚铁 1.0g 、酒石酸钾钠 5.0g ，加水溶解并定容至 1L ，此溶液可稳定 10 天。
- 2.1.8 pH7.5的磷酸缓冲液
- 2.1.8.1 a液（ $1/15\text{mol/L}$ 的磷酸氢二钠溶液）：称取磷酸氢二钠 23.877g ，加水溶解并稀释至 1L 。
- 2.1.8.2 b液（ $1/15\text{mol/L}$ 的磷酸二氢钾溶液）：称取经 110°C 烘干 2h 的磷酸二氢钾 9.078g ，加水溶解至 1L 。
- 2.1.8.3 pH7.5的磷酸缓冲液：取a液 85mL 和b液 15mL ，混匀，即得pH7.5的缓冲液。

2.2 仪器：紫外/可见分光光度计

2.3 标准溶液的配制：准确称取没食子酸乙酯（ 100°C 干燥 1h ） 150mg ，溶于 100mL 水中作为母液，分别吸取母液 2 、 4 、 6 、 8 、 10mL 于 10mL 容量瓶中，用水定容配制成 10mL 中含没食子酸乙酯 3 、 6 、 9 、 12 、 15mg 五种不同浓度的标准溶液。

2.4 标准工作曲线的制备：准确吸取不同浓度的没食子酸乙酯标准溶液 1mL 和酒石酸铁试剂 5mL ，分别置于 25mL 容量瓶中，用pH7.5的缓冲液定容。用水代替没食子酸乙酯作为对照品，用 1cm 比色杯，在 540nm 波长处测定吸光度值（A）。所测的吸光度值与对应的没食子酸乙酯浓度绘制成标准工作曲线。

2.5 供试品溶液的制备与测定：取装量差异项下样品内容物，混匀，从中取约 1.0g ，精密称定，置于 100mL 烧杯中，加 $20 \sim 30\text{mL}$ 90°C 以上的沸水溶解，冷却，移入 100mL 容量瓶中，定容、过滤，弃去初滤液约 20mL ，续滤液即为供试品溶液。准确吸取供试品溶液 1mL ，置 25mL 容量瓶中，加酒石酸铁溶液 5mL ，充分混匀，用pH7.5的磷酸缓冲液定容。以试剂空白溶液为参比，于 540nm 波长处测定吸光度值（A）。

2.6 结果计算

$$X = E \times 1.5 \times \frac{100 \times 100}{m \times (1-G) \times 1000}$$

式中：

- X—样品中茶多酚的含量，g/100g；
- E—根据试样测得的吸光度值（A）从标准曲线上查得的没食子酸乙酯相应含量，（mg/mL）；
- 1.5—茶多酚的换算系数；
- m—试样质量，g；
- G—试样中水分的含量，%。

【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. 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	刺五加 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇60℃提取3次，每次6 h）、浓缩、减压干燥（60℃，-0.09MPa）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末，具特殊香气和特殊香味
提取率，%	8±2
粒度	95%通过80目筛
紫丁香苷，g/100g	≥0.5
干燥失重，%	≤8.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 牛磺酸：应符合GB 14759《食品安全国家标准 食品添加剂 牛磺酸》的规定。

3. 茶多酚：应符合GB/T 31740.2《茶制品 第2部分：茶多酚》的规定。

4. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	红景天 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量70%乙醇回流提取3次，每次1.5 h）、浓缩、喷雾干燥（进风口温度160~190℃，出风口温度80~90℃）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成
感官要求	红棕色粉末
提取率，%	25±5
粒度	95%通过80目筛
红景天苷，g/100g	≥2.0

干燥失重，%	≤8.0
炽灼残渣，%	≤8.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 微晶纤维素：应符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。
