

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100247

昌盛堂牌黄芪知母胶囊

【原料】 黄芪、知母、五味子、天麻（经辐照）

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、辐照灭菌（天麻，⁶⁰Co，5kGy）、提取（五味子分别加6、4倍量80%乙醇回流提取2次，每次2h；黄芪、知母、五味子药渣第一次加10倍量水煎煮2h，第二、三次加8倍量水煎煮1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度170~190℃，出风温度75~85℃）、混合、制粒、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】 铝塑泡罩板包装应符合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	内容物呈棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连；内容物为颗粒和粉末
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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，g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤12	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 4789.4
沙门氏菌	≤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
粗多糖（以葡萄糖计）, g/100g	≥1.5	1 粗多糖的测定
五味子甲素, mg/100g	≥60	2 五味子甲素的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯；所用水为双蒸水。

1.1.1 葡萄糖标准液：准确称取1.0000g经过105℃干燥至恒重的分析纯葡萄糖，加入溶解后用水稀释至1000mL，此溶液1mL含1mg葡萄糖，用前稀释10倍（0.1mg/mL），临时新配。

1.1.2 10.2%蒽酮—硫酸溶液：称取0.2g，置于烧杯中，缓慢加入100mL浓溶液（分析纯），溶解后呈黄色透明溶液，临用新配。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 100mL离心瓶。

1.2.3 风光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.3 样品处理：准确称取样品0.1g，加80mL热水（温度>90℃）搅拌直至溶解（若样品难溶，可在沸水浴中加热30min），过滤，冷却至室温后定容至100mL。取此液7.5mL加37.5mL无水乙醇搅拌均匀。在离心机中以4000r/min离心10min，小心弃去上清液，再加7.5mL热水（温度>90℃）冲洗离心瓶中沉淀物，重复一次后再以4000r/min离心10min，小心弃去上清液。用热水分次溶解沉淀并稀释定容至250mL，过滤，弃去初滤液，收集续滤液即为待测液。

1.4 标准曲线的制备：准确吸取葡萄糖标准液（0.1mg/mL）0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中，加水至1.0mL，加入蒽酮试剂5mL，充分混匀，在沸水浴中加热10min，取出，在流水中冷却20min，在620nm波长下，以试剂空白调零，测定各管的吸光度值，绘制标准曲线。

1.5 样品测定：准备吸取样品待测液1.0mL，按1.4项标准曲线绘制步骤于620nm波长下测定吸光度值并求出样品含糖量。

1.6 结果计算：

$$m \times V_2 \times V_1$$

$$X = \frac{\quad}{V_4 \times V_2 \times M \times 1000} \times 100$$

式中:

X—样品中粗多糖的含量(以葡萄糖计), g/100g;

m—样品测定液中葡萄糖质量, mg;

M—样品质量, g;

V_1 —样品定容体积, mL;

V_2 —用来沉淀多糖的样品溶液体积, mL;

V_3 —待测液体积, mL;

V_4 —待测液体积, mL。

2 五味子甲素的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“五味子醇甲、五味子甲素和乙素的测定”)

2.1 范围

本方法规定了以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定方法。

本方法适用于以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素含量的HPLC测定。

本方法的检测限分别为五味子醇甲0.02 μ g, 五味子甲素 0.03 μ g, 五味子乙素0.02 μ g。

本方法的最佳线性范围为0.2~10 μ g。

2.2 原理: 将试样中的木脂素提取后, 使用等度洗脱反相高效液相色谱进行分离, 紫外检测器(UV)检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 外标法定量, 适用于以五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲、五味子甲素和乙素定量分析。

2.3 试剂

2.3.1 水为双重蒸馏水

2.3.2 甲醇: 色谱纯。

2.3.3 高效液相色谱流动相: 等度淋洗。

2.3.4 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准品: 含量均大于98%(HPLC)。

2.3.5 五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准溶液的配制: 配制五味子醇甲、五味子甲素和乙素标准储备液, 浓度分别为3mg/mL, 再以此储备液配制成混合标准系列溶液, 浓度范围为0.02~1mg/mL; 所有标准溶液均用甲醇配制。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪: 双高压输液泵, 附紫外检测器。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理: 精密称取粉碎后的五味子0.25g, 置20mL具塞锥形瓶中, 加入甲醇约18mL, 超声提取20分钟, 取出, 静置待冷, 加甲醇至刻度。试样溶液过0.45 μ m油膜, 滤液进行色谱分析。

2.5.2 测定

2.5.2.1 液相色谱参考条件

2.5.2.1.1 色谱柱: 反相 C_{18} 柱, 5 μ m, 100Å, 4.6×250mm。

2.5.2.1.2 紫外检测器: 检测波长254nm

2.5.2.1.3 等度淋洗条件: 甲醇/水=77/23 (v/v), 流速: 1mL/min

2.5.2.1.4 柱温: 35℃

2.5.2.2 色谱分析

2.5.2.2.1 标准曲线的制备: 将标准混合系列溶液均取10 μ L进HPLC分析, 用峰面积对浓度计算五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准回归曲线。

2.5.3.2.2 试样测定: 取10 μ L试样净化液进行高效液相色谱分析, 以绝对保留时间定性, 用峰面积通过五味子醇甲、五味子甲素和乙素的标准曲线定量计算试样中的含量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

$$\text{试样中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量 (mg/100g)} = \frac{C \times 20 \times 100}{m}$$

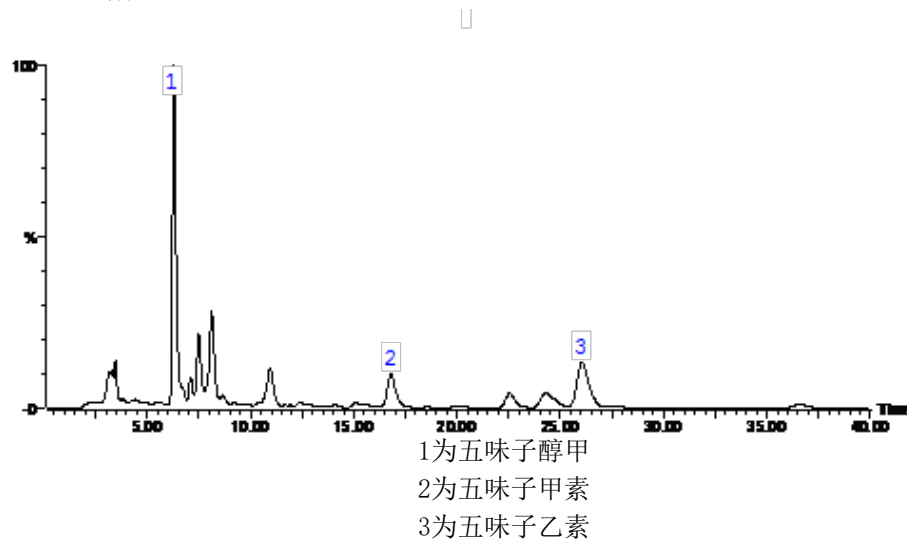
式中：

C—试样溶液中五味子醇甲、五味子甲素和乙素的含量，mg/mL；

m—试样质量，g。

2.6.2 结果表示：分析结果保留三位有效数字。

2.7 色谱图



【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、知母、五味子、天麻（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
