

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100752

松涛鹿苑牌红景天黄芪枸杞马鹿茸胶囊

- 【原料】 红景天、黄芪、枸杞子、马鹿茸、人参、陈皮
- 【辅料】 玉米淀粉
- 【生产工艺】 本品经提取（加8倍量70%乙醇浸泡24h后，60℃回流提取2次，每次3h）、浓缩、混合、常压干燥（60℃）、粉碎、过筛、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】 包装用铝箔应符合YBB00152002的规定； 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005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	内容物呈黄褐色
滋味、气味	内容物具本品固有的滋味、气味
性状	硬胶囊，完整，无黏连；内容物为颗粒状
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤2.0	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	≤0.2	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
红景天苷, g/100g	≥0.18	1 红景天苷的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, g/100g	≥0.39	2 总皂苷的测定

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 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））

2.1 试剂

- 2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。
- 2.1.2 正丁醇：分析纯。
- 2.1.3 乙醇：分析纯。
- 2.1.4 中性氧化铝：层析用， $100 \sim 200$ 目。
- 2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。
- 2.1.6 香草醛溶液：称取 5g 香草醛，加冰乙酸溶解并定容至 100mL 。
- 2.1.7 高氯酸：分析纯
- 2.1.8 冰乙酸：分析纯
- 2.1.9 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Re 2.0mg 。

2.2 仪器

- 2.2.1 比色计
- 2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

- 2.3.1.1 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。
- 2.3.1.2 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。

- 2.3.2 柱层析：用 10mL 注射器作层析管，内装 3cm Amberlite-XAD-2大孔树脂，上加 1cm 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 已处理好的试样溶液（见2.3.1），用 25mL 水洗柱，弃去洗脱液，用 25mL 70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于 60°C

水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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。

【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. 红景天：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 枸杞子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 马鹿茸：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 陈皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-