

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20230052

焦点牌人参百合片

【原料】 百合提取物、人参提取物、西洋参提取物、三七提取物

【辅料】 微晶纤维素、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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】 口服药用高密度聚乙烯塑料瓶应符合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	棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，有适宜硬度
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

取本品样品碾碎成粉末，混匀，称取细粉2g，加甲醇25mL，加热回流30min，滤过，滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用水洗涤2次，每次10mL，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇4mL使溶解，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取拟人参皂苷F11对照品、人参皂苷Rb1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg1对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的溶液，作为对照品溶液。

照《中华人民共和国药典》薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述六种溶液各2 μ L，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5~10 $^{\circ}$ C放置12h的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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
崩解时限, min	≤ 60	《中华人民共和国药典》

灰分, %	≤5.0	GB 5009.4
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
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
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥1.0	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥3.2	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 主要仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 离心机(3000r/min)。

1.1.3 旋转混匀器。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外,均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 乙醇溶液(80%):20mL水中加入无水乙醇80mL,混匀。

1.2.2 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。

1.2.3 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。

1.2.4 葡萄糖标准储备液:准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g,加水溶解,并定容至50mL,混匀,置冰箱中保存。此溶液1mL含10.0mg葡萄糖。

1.2.5 葡萄糖标准使用液:吸取葡萄糖标准储备液1.0mL,置于100mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖0.10mg。

1.3 测定步骤

1.3.1 样品处理

1.3.1.1 样品提取:称取混合均匀的固体样品2.0g,置于100mL容量瓶中,加水80mL左右,于沸水浴上加

热2h, 冷却至室温后补加水至刻度, 混匀后, 过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀多糖。

1.3.1.2 沉淀粗多糖: 准确吸取1.3.1.1项终滤液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% (体积分数) 乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3-4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL, 混匀后, 供测定用。

1.3.2 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL (相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、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比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.3.3 样品测定: 准确吸取样品测定液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, 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, 用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量, 计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.4 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 100}{m \times V_2 \times 1000}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量 (以葡萄糖计), %;

m_1 —样品处理液中葡萄糖的质量, mg;

m—取样量, g;

V_1 —样品处理液总体积, mL;

V_2 —测定用体积, mL。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

所用试剂除有特殊规定外均为分析纯及以上。

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, 100~200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Re2.0mg。

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: 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。

2.3.2 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2.3.1), 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。

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) 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“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。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 百合提取物

项 目	指 标
来源	百合科植物卷丹 <i>Lilium Lancifolium</i> Thunb.、百合 <i>Lilium brownii</i> F.E. Brown var. <i>viridulum</i> Baker或细叶百合 <i>Lilium pumilum</i> DC. 的干燥肉质鳞叶
制法	经提取（加10、8倍量水煎煮提取2次，每次1.5 h）、浓缩、干燥（进风温度160-180℃，出风温度80-90℃）、粉碎等主要工艺制成
提取率，%	18±1.8
感官要求	浅黄色粉末
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥5.0
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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
沙门氏菌	≤0/25g

2. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 <i>Panax ginseng</i> C. A. Mey.
制法	经提取（加8、6倍量70%食用酒精回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（进风温度160-180℃，出风温度80-90℃）、粉碎等主要工艺制成
提取率，%	15±1.5
感官要求	浅棕黄色粉末
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥10.0
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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

沙门氏菌	≤0/25g
------	--------

3. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 <i>Panax quinquefolium L.</i>
制法	经提取（加8、6倍量70%食用酒精回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（进风温度160-180℃，出风温度80-90℃）、粉碎等主要工艺制成
提取率，%	15±1.5
感官要求	浅黄色粉末
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥10.0
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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
沙门氏菌	≤0/25g

4. 三七提取物

项 目	指 标
来源	三七 <i>Panax notoginseng (Burk.) F. H. Chen</i>
制法	经提取（加8、6倍量65%食用酒精回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（进风温度160-180℃，出风温度80-90℃）、粉碎等主要工艺制成
提取率，%	14±1.4
感官要求	棕黄色粉末
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥10.0
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
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
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。

6. 硬脂酸镁：应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。