

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220033

益佰牌酸枣仁刺五加胶囊

【原料】 酸枣仁、刺五加、远志、天麻

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（酸枣仁、刺五加、远志、天麻，加10倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度130~140℃，出风温度80~90℃）、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】 药品包装用铝箔应符合YBB00152002的规定，聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212002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	内容物呈棕色至棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为粉末
杂质	无正常视力可见外来异物

【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.1	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
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
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100g	≥816	1 总皂苷的测定
粗多糖(以葡萄糖计), g/100g	≥2.3	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定

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Re 2.0mg。

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: 称取1.000g左右的试样, 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。

1.3.2 柱层析: 在2cm直径层析柱内装入3cm高Amberlite-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的水洗柱, 以洗去糖份等水溶性杂质, 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, 放水浴挥干。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，放在60℃以下的水浴上加温10 min，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 标准曲线：吸取人参皂苷Re标准溶液（20、40、60、80、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：

$$X = A \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中人参总皂苷量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A—由标准曲线求得被测液中人参总皂苷含量，μg/mL；

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 仪器

2.1.1 分光光度计。

2.1.2 离心机（3000r/min）。

2.1.3 旋转混匀器。

2.2 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。

2.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 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。

2.2.4 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。

2.2.5 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。

2.3 测定步骤

2.3.1 样品处理：

2.3.1.1 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，于沸水浴上加温2h，冷却至室温后加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀多糖。

2.3.1.2 沉淀粗多糖：准确吸取2.3.1.1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。

2.3.1.3 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。

2.3.1.4 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。

2.4 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 100}{\text{—————}}$$

$$m \times V_2 \times 1000$$

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。

【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. 酸枣仁、刺五加、远志、天麻、糊精、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
