

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220186

同健牌茯苓人参五味子胶囊

【原料】 茯苓、百合、绞股蓝、人参、五味子、珍珠粉

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经提取（绞股蓝、人参、五味子，加8倍量75%乙醇回流提取2次，每次2h；过滤，药渣加茯苓、百合，加9倍量水煎煮2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、减压干燥（-0.085MPa，65℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、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】 固体药用高密度聚乙烯瓶应符合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	内容物呈棕色至棕褐色
滋味、 气味	具有中药气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破损，无粘连；内容物为颗粒和粉末
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，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤14	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	≤0.2	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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.6	1 总皂苷的测定
五味子甲素, mg/100g	≥10	2 五味子甲素的测定

1 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））

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Re2.0mg。

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

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

1.3.2 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

1.3.1), 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。

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, 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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。

2 五味子醇甲的测定(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0.02μg, 五味子甲素 0.03μg, 五味子乙素0.02μg。

本方法的最佳线性范围为0.2~10μg。

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, 适用于以北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0.45μm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C₁₈柱，5μm，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10μL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10μL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

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

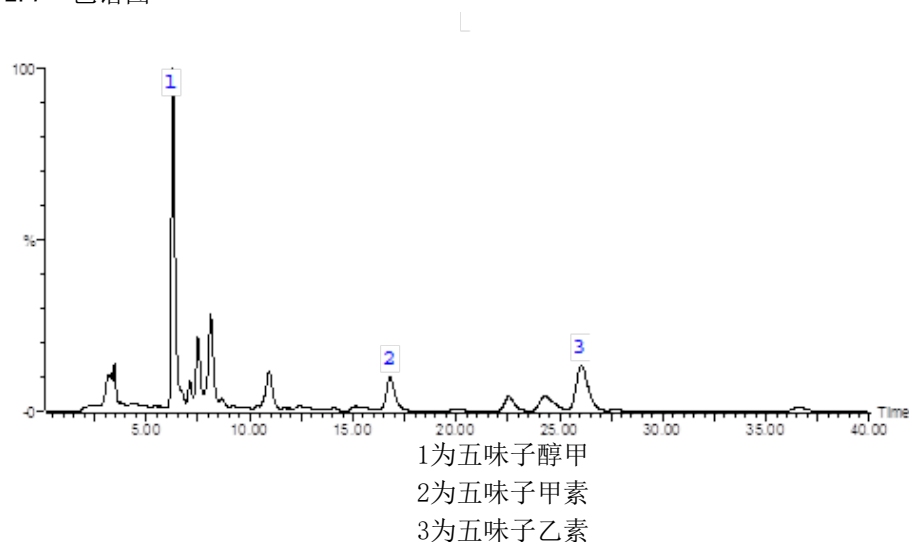
式中：

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. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 百合：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 绞股蓝：应符合《广西中药材标准》的规定。
 4. 人参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 珍珠粉：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。
-