

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200334

创喜牌刺五加五味子茯苓膏

- 【原料】 茯苓、刺五加、五味子
- 【辅料】 麦芽糖醇液、山梨酸钾
- 【生产工艺】 本品经提取（茯苓、刺五加、五味子，加10倍量水95～100℃煎煮提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、配制、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】 药用复合膜应符合YBB00132002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	呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	膏剂，内容物为粘稠状半流体
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
相对密度	1.30～1.40	GB 5009.2
灰分，%	≤2.5	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/L	≤2.0	GB 5009.12
砷（以As计），mg/L	≤1.0	GB 5009.11

汞（以Hg计），mg/L	≤0.3	GB 5009.17
六六六，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/L	≤0.2	GB/T 5009.19
山梨酸钾（以山梨酸计），g/kg	≤0.5	GB 5009.28

【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），mg/100g	≥11	1 总皂苷的测定
五味子醇甲，mg/100g	≥5.5	2 五味子醇甲的测定

1 总皂苷的测定

1.1 原理：试样用水提取总皂苷类成分，经水饱和正丁醇萃取、氨试液洗涤除杂后，试样中的皂苷类成分在高氯酸的作用下与香草醛反应，产生特征的紫红色，采用分光光度法测定总皂苷在560nm处的吸光度进行定量。

1.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂、蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.2.1 水饱和正丁醇：取正丁醇适量，加入适量水，充分振摇，静置使分层，上层液体即为水饱和正丁醇。

1.2.2 氨试液：取氨水40mL，加水使成100mL，即得。

1.2.3 甲醇。

1.2.4 高氯酸：优级纯。

1.2.5 冰乙酸。

1.2.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.2.7 人参皂苷Re对照品：来源于中国食品药品检定研究院。

1.3 仪器

1.3.1 紫外/可见分光光度计。

1.3.2 超声波清洗器（200W 40KHz）。

- 1.3.3 水浴锅。
- 1.3.4 离心机（4000r/min）。
- 1.3.5 分液漏斗。
- 1.3.6 分析天平（感量0.01mg）。

1.4 分析步骤

1.4.1 人参皂苷Re对照品溶液制备：取人参皂苷Re对照品10mg，精密称定，加甲醇溶解并稀释至50.0mL，即得人参皂苷Re浓度为0.2mg/mL。

1.4.2 标准曲线制备：精密量取人参皂苷Re对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL于10mL具塞比色管中，置水浴中挥干溶剂，精密加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，使残渣都溶解，再精密加入0.8mL高氯酸，混匀，60℃水浴中加热10min，取出，冰浴冷却（约2min）后，精密加入冰乙酸5.0mL，摇匀，即为对照品测定液，立即于560nm波长处比色测定，以各对照品测定液中人参皂苷Re的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.3 供试品溶液制备：取本品适量，精密称定（m），置50mL（V）量瓶中，加水40mL，超声提取（200W 40KHz）30min，放冷，加水至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液25mL置于分液漏斗中，加入水饱和正丁醇振摇萃取3次，每次25mL，分取正丁醇液，合并正丁醇液，用氨试液洗涤3次，每次25mL，分取正丁醇液蒸干（水浴90℃），残渣用甲醇溶解并转移至25mL量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液即得。

1.4.4 样品测定：精密量取1.4.3项下续滤液2.0ml（V₀，可根据试样总皂苷的量定），置于10mL具塞比色管中，以下操作从1.4.2“置水浴中挥干溶剂……”起，与对照品溶液同法测定吸光度。

1.4.5 空白测定：精密量取1.4.3项下续滤液2.0mL，置于10mL具塞比色管中，置水浴中挥干溶剂，精密加入0.20mL冰乙酸溶液，以下操作从1.4.2“再精密加入0.8mL高氯酸……”起，与试样同法测定吸光度，做试样自身校正。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times 25 \times V \times 100}{V_0 \times 25 \times m}$$

式中：

X—试样中总皂苷量（以人参皂苷Re计），mg/100g；

m₁—经试样自身校正后，由标准曲线算得被测液中总皂苷的量，mg；

V—试样提取液体积，mL；

V₀—参加显色试样体积，mL；

m—试样取样量，g。

计算结果保留三位有效数字。

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。
 - 2.5.2.2.2 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

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

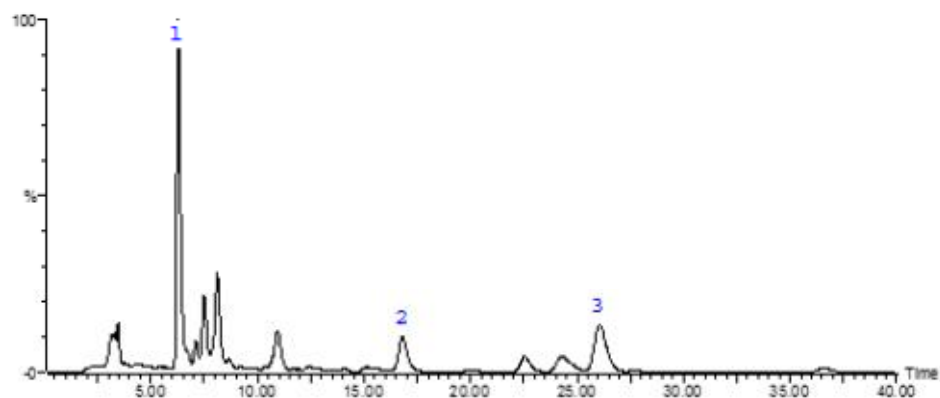
式中：

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



1为五味子醇甲
2为五味子甲素
3为五味子乙素

【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“煎膏剂（膏滋）”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 茯苓、刺五加、五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 麦芽糖醇液：应符合GB 28307《食品安全国家标准 食品添加剂 麦芽糖醇和麦芽糖醇液》的规定。
 3. 梨酸钾：应符合GB 1886.39《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾》的规定。
-