

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200616

康缘牌洋参景天片

- 【原料】 刺五加、西洋参、淫羊藿、绿茶、红景天
- 【辅料】 微晶纤维素、羟丙纤维素、胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、聚乙烯醇、三乙酸甘油酯、二氧化钛、果绿铝色淀、亮蓝铝色淀、滑石粉）
- 【生产工艺】 本品经提取（西洋参，加8倍量70%乙醇煮沸提取3次，每次1h；刺五加、淫羊藿、红景天，加10倍量60%乙醇煮沸提取3次，每次1h；绿茶，加15倍量水煮沸提取3次，每次1h）、过滤、浓缩、减压干燥（70±5℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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】 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	包衣呈绿色，片芯呈黄色至棕色
滋味、气味	具有本品特有的香气，味微苦，无异味
性状	薄膜包衣片，外表完整、光洁
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
茶多酚，%	≥6.0	GB/T 8313
灰分，%	≤10.0	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
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
人参总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥3.0	1 人参总皂苷的测定
红景天苷，g/100g	≥0.3	2 红景天苷的测定
淫羊藿苷，g/100g	≥0.8	3 淫羊藿苷的测定

1 人参总皂苷的测定

1.1 原理：人参皂苷 Re 与 人参总皂苷，在相同显色条件下表现一致，且人参皂苷 Re 在 人参总皂苷中有代表性。人参总皂苷在一定温度与时间，香草醛-高氯酸条件下，560nm有最大吸收，且在一定范围内，质量与最大吸收之间存在线性关系，符合朗伯-比尔定律。

1.2 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

1.2.1 大孔吸附树脂D101。

1.2.2 正丁醇。

1.2.3 乙醇。

1.2.4 中性氧化铝：层析用，100～200目。

1.2.5 人参皂苷Re（含量以92.7%计）：中国食品药品检定研究院。

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 高氯酸。

1.2.8 冰乙酸。

1.2.9 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。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 层析柱。

1.4 试验步骤

1.4.1 试样处理：取本品约0.15g，精密称定，置25mL量瓶中，加少量水，超声处理30min，放冷，加水定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液1.0mL，进行柱层析。

1.4.2 层析柱：用层析柱，内装3cm大孔树脂。上加1cm中性氧化铝。先用25mL 70%乙醇洗脱，弃去洗脱

液,再用25mL水洗脱,弃去洗脱液,加入已经处理好的试样溶液(试验步骤中试样处理),用25mL水洗脱,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60℃水浴挥干,以此作显色用。

1.4.3 显色:在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.5mL 5%香草醛冰乙酸溶液,转动蒸发皿,使残渣都溶解,再加2mL高氯酸,混匀后移入10mL具塞刻度离心管中,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,以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

1.4.4 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),加水1.0mL,以下操作从“试验步骤中层柱析…”起,与试样相同。测定吸光度值。

1.5 含量计算

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

X—试样中人参总皂苷量(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—试样处理液体积, mL;

M—试样质量, g。

计算结果保留两位有效数字。

2 红景天苷的测定

2.1 原理:试样中的红景天苷以甲醇超声提取,反相色谱分离,与标准品的保留时间比较定性,以峰面积外标法定量。

2.2 试剂

除特殊说明,所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.2.1 甲醇。

2.2.2 冰乙酸。

2.2.3 乙腈:色谱纯。

2.2.4 红景天苷(含量以99.8%计,中国食品药品检定研究院):精密称取红景天苷标准品适量,置于50mL量瓶中,加入甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得每1mL含红景天苷100μg标准品溶液。

2.3 仪器

2.3.1 HPLC系统,配有紫外检测器和色谱工作站。

2.3.2 溶剂微孔过滤器,带0.45μm水相滤膜。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样处理:取本品10片,研细,取约0.25g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入甲醇10mL,称定重量,超声提取30min(功率250W,频率40kHz),放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取上清液作为供试品溶液。

2.4.2 试样分析

2.4.2.1 色谱条件:以十八烷基键合硅胶为填充剂(色谱柱规格4.6×250mm, 5μm);以乙腈为流动相A,以0.3%冰醋酸溶液为流动相B,流速为0.7mL/min;检测波长为276nm;柱温:40℃。洗脱程序为:

时间(分钟)	A(%)	B(%)
0~15	7→14	93→86

2.4.2.2 样品的测定:精密吸取供试品溶液、对照品溶液各10μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.5 含量计算

$$X = \frac{C \times V \times 100}{M \times 1000}$$

式中:

X—试样中红景天苷的含量, g/100g;

M—试样质量, g;

C—试样处理液中红景天的浓度, mg/mL;

V—试样处理液体积, mL。

结果表示: 计算结果保留两位有效数字。

3 淫羊藿苷的测定

3.1 原理: 试样中的淫羊藿苷以稀乙醇超声提取, 反相色谱分离, 与标准品的保留时间比较定性, 以峰面积外标法定量。

3.2 试剂

除特殊说明, 所用试剂均为分析纯。实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

3.2.1 乙醇。

3.2.2 乙腈: 色谱纯。

3.2.3 淫羊藿苷(含量以94.2%计, 中国食品药品检定研究院): 精密称取淫羊藿苷标准品适量, 加稀乙醇制成每1mL含淫羊藿苷85μg的标准品溶液。

3.3 仪器

3.3.1 HPLC系统, 配有紫外检测器和色谱工作站。

3.3.2 溶剂微孔过滤器, 带0.45μm水相滤膜。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样处理: 取本品10片, 研细, 取约0.25g, 精密称定, 置锥形瓶中, 精密加入稀乙醇25mL, 称定重量, 超声提取45min(功率250W, 频率40kHz), 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取上清液作为供试品溶液。

3.4.2 试样分析

3.4.2.1 色谱条件: 以十八烷基键合硅胶为填充剂(色谱柱规格4.6×250mm, 5μm); 流动相: 乙腈-水(24: 76)流速为1.0mL/min; 检测波长为270nm。

3.4.2.2 样品的测定: 精密吸取供试品溶液、对照品溶液各10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

3.5 含量计算

$$X = \frac{C \times V \times 100}{M \times 1000}$$

式中:

X—试样中淫羊藿苷的含量, g/100g;

M—试样质量, g;

C—试样处理液中淫羊藿苷的浓度, mg/mL;

V—试样处理液体积, mL。

结果表示: 计算结果保留两位有效数字。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 刺五加、西洋参、淫羊藿、红景天: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 绿茶: 应符合GB/T 14456.1《绿茶 第1部分: 基本要求》的规定

3. 微晶纤维素、羟丙纤维素: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 胃溶型薄膜包衣预混剂(羟丙基甲基纤维素、聚乙烯醇、三乙酸甘油酯、二氧化钛、果绿铝色淀、亮蓝铝色淀、滑石粉): 应符合YBF00032009《胃溶型薄膜包衣预混剂》的规定。