

# 国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20090303

## 千足牌珍珠茯苓胶囊

【原料】 酸枣仁提取物、茯苓提取物、五味子提取物

【辅料】 玉米淀粉、珍珠粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、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】 包装用塑料瓶应符合YBB00262002的要求；铝箔应符合YBB00152002的要求；聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的要求。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈灰白色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连、无瘪凹、无破损、无霉变；内容物为粉末
杂质	无其他杂色杂质

【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, %	≤15	GB 5009.4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.2	GB 5009.17
镉(以Cd计), mg/kg	≤0.5	GB/T 5009.15

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, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4
志贺氏菌	不得检出	GB 4789.5
金黄色葡萄球菌	不得检出	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	≥250	1 总皂苷的测定
五味子甲素, mg/100g	≥13	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；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—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 五味子甲素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

### 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甲素含量的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甲素含量的HPLC测定。

本方法的检测限分别为五味子甲素 0.03μg。

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甲素定量分析。

### 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 五味子甲素标准品：含量均大于98%（HPLC）。

2.3.5 五味子甲素标准溶液的配制：配制五味子甲素标准储备液，浓度为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C<sub>18</sub>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10 $\mu$ L进HPLC分析，用峰面积对浓度计算五味子甲素的标准回归曲线。

2.5.3.2.2 试样测定：取10 $\mu$ L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甲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

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

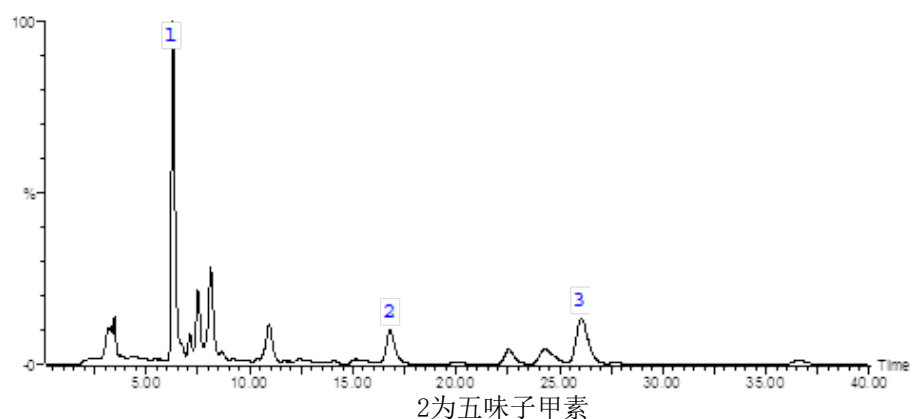
式中：

C—试样溶液中五味子甲素的含量，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. 酸枣仁提取物

酸枣仁提取物质量要求

项 目	指 标
来源	鼠李科植物酸枣 ( <i>Ziziphus jujuba</i> Mill. Var. <i>s pinosa</i> (Bunge) Hu ex H. F. Chou) 的干燥成熟种子 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经粉碎、提取(8倍量水100℃提取2h)、醇沉(浓度65%、4~6h)、浓缩、喷雾干燥(进风温度180℃, 出风温度80℃)、打粉、入库、检测等主要工艺加工制成。
提取率, %	4
感官要求	棕色粉末, 具特殊气味
细度	80目
皂苷, %	≥2
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.2
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1

细菌总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
致病菌 (指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出

## 2. 茯苓提取物

茯苓提取物质量要求

项 目	指 标
来源	多孔菌科真菌茯苓 ( <i>Poriacocos (Schw.) Wolf</i> ) 的干燥菌核 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经粉碎、提取 (8倍量水100℃提取2次, 每次2 h)、浓缩、喷雾干燥 (进风温度180℃, 出风温度80℃)、打粉、包装、入库、检测等主要工艺加工制成。
提取率, %	5
感官要求	棕色粉末, 具特殊气味
细度	80目
粗多糖, %	≥5
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷 (以As计), mg/kg	≤1.0
总汞 (以Hg计), mg/kg	≤0.2
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
细菌总数, CFN/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌, CFN/g	≤25
酵母, CFN/g	≤25
致病菌 (指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出

## 3. 五味子提取物

五味子提取物质量要求

项 目	指 标
来源	木兰科植物五味子 ( <i>Schisandra chinensis (Turcz.) Baill.</i> ) 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经粉碎、提取 (8倍量水100℃提取2h)、醇沉 (浓度65%、4~6h) 浓缩、喷雾干燥 (进风温度180℃, 出风温度80℃)、打粉、入库、检测等主要工艺加工制成。
提取率, %	8
感官要求	棕色粉末, 具特殊气味
细度	80目
五味子总素, %	≥2
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤1.5
总砷 (以As计), mg/kg	≤1.0
总汞 (以Hg计), mg/kg	≤0.2
六六六, ppm	≤0.1
滴滴涕, ppm	≤0.1
细菌总数, CFN/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌, CFN/g	≤25
酵母, CFN/g	≤25
致病菌 (指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)	

和溶血性链球菌)

不得检出

4. 珍珠粉

珍珠粉质量要求

项 目	指 标
来源	珍珠贝科动物马氏珍珠贝 ( <i>Pteria martensii</i> (Dunker))、蚌壳动物三角帆蚌 ( <i>Hyriopsis cumingii</i> (Lea)) 或褶纹冠蚌 ( <i>Cristaria plicata</i> (Leach)) 等双壳类动物受刺激形成的珍珠
制法	经清洗晒干、烘干、粗粉碎、精粉碎 (200目) 等主要工艺加工制成。
提取率, %	95
感官要求	类白色或白色粉末, 具有本品特有的滋气味, 微腥, 无异味
钙 (以Ca计), %	≥36
水分, %	≤4.0
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
致病菌 (指沙门氏菌、铜绿假单胞菌、金黄色葡萄球菌)	不得检出

5. 玉米淀粉: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 硬脂酸镁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

---