

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G20200462

济生源牌杜仲绞股蓝罗布麻胶囊

【原料】 葛根提取物、杜仲提取物、绞股蓝提取物、天麻提取物、罗布麻提取物

【辅料】 玉米淀粉

【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】

口服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	具有本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，外观光洁、无破损；内容物为均匀粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
葛根素, g/100g	≥ 1.2	GB/T 22251
天麻素, g/100g	≥ 0.019	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤ 9	GB 5009.3
灰分, %	≤ 8	GB 5009.4

崩解时限, min	≤30	《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
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥1.5	1 总黄酮的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.4	2 总皂苷的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉。

1.1.2 芦丁标准溶液: 称取5.0mg芦丁, 加甲醇溶解并定容至100mL, 即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 甲醇: 分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理: 称取一定量的试样, 加乙醇定容至25mL, 摇匀后, 超声提取20min, 放置, 吸取上清液1.0mL, 于蒸发皿中, 加1g聚酰胺粉吸附, 于水浴上挥去乙醇, 然后转入层析柱。先用20mL苯洗, 苯液弃去, 然后用甲醇洗脱黄酮, 定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品, 测定标准曲线, 求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线: 吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 于波长360nm比色。求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示:

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

- X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；
 A—由标准曲线算得被测液中黄酮量， μg ；
 M—试样质量，g；
 V_1 —测定用试样体积，mL；
 V_2 —试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

- 2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A.。
 2.1.2 正丁醇：分析纯。
 2.1.3 乙醇：分析纯。
 2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。
 2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。
 2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。
 2.1.7 高氯酸：分析纯。
 2.1.8 冰乙酸：分析纯。
 2.1.9 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。

2.2 仪器

- 2.2.1 比色计。
 2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

- 2.3.1 试样处理：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。
 2.3.2 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2.3.1），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。
 2.3.3 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。
 2.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100 μL 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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_1 —被测液的吸光度值；
 A_2 —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。

【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. 葛根提取物

项 目	指 标
来源	葛根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量70%乙醇回流提取3次，每次1.5~2h）、过滤（200目）、浓缩、喷雾干燥（入口温度150±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装、贴签、检验入库等主要工艺加工制成
提取率，%	约10
感官要求	棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味
葛根素，%	≥5
粒度	80目
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠杆菌，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 杜仲提取物

项 目	指 标
来源	杜仲 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（70%乙醇回流提取3次，分别10倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h）、过滤（200目）、浓缩、喷雾干燥（入口温度150±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装、贴签、检验入库等主要工艺加工制成
提取率，%	约10
感官要求	棕黄色粉末，具有本品特有的滋味、气味
黄酮，%	≥5
粒度	80目

干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠杆菌, MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 绞股蓝提取物

项 目	指 标
来源	绞股蓝 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经提取(10倍量80%乙醇回流提取3次, 每次1.5~2h)、过滤(200目)、浓缩、喷雾干燥(入口温度150±5℃, 出口温度70±5℃)、过筛、包装、贴签、检验入库等主要工艺加工制成
提取率, %	约12.5
感官要求	棕黄色粉末, 具有本品特有的滋味、气味
总皂苷, %	≥15
粒度	80目
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅(以Pb计), mg/kg	≤2.0
总砷(以As计), mg/kg	≤1.0
总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠杆菌, MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 天麻提取物

项 目	指 标
来源	天麻 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(70%乙醇回流提取3次, 分别10倍量2h、8倍量1.5h、6倍量1h)、过滤(200目)、浓缩、喷雾干燥(入口温度150±5℃, 出口温度70±5℃)、过筛、包装、贴签、检验入库等主要工艺加工制成
提取率, %	约16.7

感官要求	棕黄色粉末，具有本品特有的滋味、气味
天麻素，%	≥0.24
粒度	80目
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠杆菌，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 罗布麻提取物

项 目	指 标
来源	罗布麻 应符合相关食品安全国家标准的规定
制法	经提取（10倍量70%乙醇回流提取3次，每次2h）、过滤（200目）、浓缩、喷雾干燥（入口温度150±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装、贴签、检验入库等主要工艺加工制成
提取率，%	约8.3
感官要求	棕黄色粉末，具有本品特有的滋味、气味
总黄酮，%	≥8
粒度	80目
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠杆菌，MPN/g	≤0.92
霉菌及酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。