

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190468

汉草堂牌白芍白术木香片

- 【原料】 白芍提取物、白术提取物、木香提取物、麦芽提取物、砂仁提取物、枳壳提取物
- 【辅料】 微晶纤维素、玉米淀粉、薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄铝色淀）、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经混合、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】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005的规定，药品包装用铝箔应符合YBB00152002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	包衣呈黄色，片芯呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	薄膜衣片，完整光洁，色泽均匀，有适宜的硬度
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
灰分，g/100g	≤6.0	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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
柠檬黄, g/kg	≤0.1	GB 5009.35

【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	≥0.06	1 总黄酮的测定
芍药苷, g/100g	≥0.6	2 芍药苷的测定

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 芍药苷的测定

2.1 原理：样品直接用稀乙醇超声波提取后，在高效液相色谱仪中用反相柱分离，230nm紫外检测，以外标法定量。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪。

2.2.2 超声波提取器。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 乙腈：色谱纯。

2.3.3 稀乙醇：52.9%（V/V）。

2.3.4 磷酸（AR）：0.1%（V/V）。

2.3.5 超纯水：双蒸水Milli-Q型纯水器过滤。

2.3.6 芍药苷对照品：中国药品生物制品检定所。

2.3.7 准确称取芍药苷对照品5mg，用甲醇溶解定容至10mL，为芍药苷贮备液，临用前再用甲醇稀释成浓度为0.02~0.30mg/mL的标准使用液。

2.4 测定步骤

2.4.1 样品制备：准备称取样品适量，置于100mL容器瓶中，加稀乙醇约60mL，超声波提取30min后，冷却，加稀乙醇至刻度，混匀，静置，取上清液过0.45 μm 微孔滤膜后，在高效液相色谱仪中进样测定。

2.4.2 标准曲线绘制：标准使用液各点分别在高效液相色谱仪中进样测定，并记录相应的峰面积值，绘制标准曲线。

2.4.3 色谱条件

2.4.3.1 色谱柱：Kromasil C_{18} , 250mm $\times$ 4.6mm, 5 μm 。

2.4.3.2 流动相：乙腈+0.1%磷酸（15+85）。

2.4.3.3 波长：230nm。

2.4.3.4 流速：1mL/min。

2.4.3.5 进样量：10 μL 。

2.5 结果计算

$$X = \frac{c \times V \times 100}{m}$$

式中：

X—样品中芍药苷的含量，mg/100g；

c—从标准曲线查得样液中芍药苷的质量，mg；

V—样液定容体积，mL；

m—样品质量，g。

【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. 白芍提取物

项 目	指 标
来源	白芍 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇（ $\geq 75^{\circ}\text{C}$ ）回流提取2次，每次2h）、回收乙醇、浓缩、减压干燥（真空度 $\leq -0.08\text{MPa}$ ，温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$ ）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	黄棕色粉末
提取率，%	17~23
芍药苷，g/100g	≥ 8
粒度	95%通过100目
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 10.0
重金属，mg/kg	≤ 10
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 白术提取物

项 目	指 标
来源	白术 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度 $110\sim 125^{\circ}\text{C}$ ，出口温度 $75\sim 80^{\circ}\text{C}$ ）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	黄棕色粉末
提取率，%	17~23
白术多糖，g/100g	≥ 8
粒度	95%通过100目
水分，%	≤ 5.0
灰分，%	≤ 10.0
重金属，mg/kg	≤ 10
菌落总数，CFU/g	≤ 30000
大肠菌群，MPN/g	≤ 0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤ 50
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

3. 木香提取物

项 目	指 标

来源	木香 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度110~125℃，出口温度75~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	黄棕色粉末
提取率，%	8~15
木香烃内酯，mg/100g	≥5
粒度	95%通过100目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 麦芽提取物

项 目	指 标
来源	麦芽 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度110~125℃，出口温度75~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末
提取率，%	9~15
麦芽多糖，g/100g	≥3
粒度	95%通过100目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 砂仁提取物

项 目	指 标
来源	砂仁 应符合《中华人民共和国药典》的规定
	经提取（10倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷

制法	雾干燥（进口温度110~125℃，出口温度75~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	黄棕色粉末
提取率，%	11~17
总黄酮，mg/100g	≥75
粒度	95%通过100目筛
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

6. 枳壳提取物

项 目	指 标
来源	枳壳 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10倍量水煎煮2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度110~125℃，出口温度75~80℃）、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末
提取率，%	7~13
总黄酮，mg/100g	≥75
粒度	95%通过100目筛
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
重金属，mg/kg	≤10
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

7. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄铝色淀）

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、滑石粉、二氧化钛、柠檬黄铝色淀
制法	经配料、混合、过筛、检验、包装等主要工艺加工制成

感官要求	颜色均一的黄色颗粒和粉末，无杂质；ΔE不应大于3.00或目视无颜色上的可辨差别
粒度	80目筛网残留物≤2%
炽灼残渣，%	32.50~43.98
砷（以As计），mg/kg	≤3
汞（以Hg计），mg/kg	≤3
微生物限度	应符合规定

10. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
