

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190507

颐兴堂牌茯苓黄芪金银花胶囊

【原料】 茯苓提取物、乌梅提取物、黄芪提取物、金银花提取物

【辅料】 淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连、变形、囊壳破裂等现象；内容物为颗粒
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	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

【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
粗多糖（以葡萄糖计）, g/100g	≥11.0	1 粗多糖的测定
绿原酸, g/100g	≥0.7	GB/T 22250

1 粗多糖的测定

1.1 原理：样品多糖沉淀物经酸解后，全部转成单糖，单糖具还原性，在加热条件下直接滴定标定过的碱性酒石酸铜液，以亚甲蓝作指示剂，根据样品液消耗的体积计算还原糖含量，再乘以换算系数0.9计算多糖含量。

1.2 仪器

- 1.2.1 离心机：4000r/min。
- 1.2.2 100mL离心瓶或10mL具塞离心管。
- 1.2.3 500mL水解瓶：带冷凝回流装置。
- 1.2.4 1000W电炉。
- 1.2.5 pH计。
- 1.2.6 水浴锅。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

- 1.3.1 碱性酒石酸铜甲液：称取硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）15g、亚甲蓝（次甲基蓝）0.05g，加水溶解并稀

释至1000mL。

1.3.2 碱性酒石酸铜乙液：称取50g酒石酸钾钠及75g氢氧化钠，溶于水中，再加入4g亚铁氰化钠，完全溶解后，用水稀释至1000mL，储存于橡胶具塞玻璃瓶内。

1.3.3 无水乙醇。

1.3.4 浓盐酸。

1.3.5 40%氢氧化钠。

1.3.6 葡萄糖标准液：准确称取0.5000g干燥恒重的分析纯葡萄糖，加水溶解，并用水稀释至500mL，此溶液1mL含葡萄糖1mg。现用现配。

1.4 样品处理：准确称取均匀研碎的样品粉末2g，置于100mL具塞锥形瓶中，加50mL热水溶解，在沸水浴中加热15min，使淀粉糊化，冷却至60℃以下，加1mL10%淀粉酶液加0.5mL乙酸钠缓冲液（pH7.4），加塞，置55~60℃保温1h，中间间接搅拌（取1滴上清液用碘液检验是否完全水解若呈蓝色，再加淀粉酶溶解并继续保温，直至酶解液加碘液后不呈蓝色为止），加热至沸（使酶失活），然后再加入1%的葡萄糖酶在37℃温箱中，保温24h使淀粉全部酶解成葡萄糖在移液于蒸发皿中，并在沸水中稍浓缩，放冷，小心将样液转入25mL容量瓶中，用水洗容器并定容至刻度，过滤。取15mL于离心瓶中，加无水乙醇75mL搅拌均匀（若只有10mL离心管，则每管加入1.5mL样品溶液后再加入7.5mL无水乙醇，加盖反复颠倒管子数次），置4℃冰箱中静置4h以上，在离心机中以4000r/min离心10min，小心倾去上清液，用85%乙醇洗沉淀物二次，离心，弃上清液。再用50mL的热水（温度>90℃）分次冲洗离心瓶（管），将冲洗液及沉淀物一并转移至带冷凝装置的水解瓶中，加入15mL浓盐酸，沸水浴中加热2h，冷却，然后先用40%氢氧化钠粗调，后用稀的氢氧化钠细调，再置于pH计上调整pH在6.8~7.2之间。将已中和的酸解液转移至100~500mL容量瓶中，加水定容，用滤纸过滤，滤液为待测液。

1.5 标定碱性酒石酸铜液：用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中，加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。用滴定管加入9.0mL标准葡萄糖溶液于锥形瓶中，并将锥形瓶置电炉上迅速加热，务必在2min内至沸，并保持溶液在微沸的状态，再用标准葡萄糖溶液滴定，待溶液颜色变浅时，以1滴/2sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点，记录消耗标准葡萄糖溶液的体积。同时平行操作3次，取其平均值。

1.6 样品溶液的预测：用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中，加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。将锥形瓶置电炉上迅速加热，务必在2min内至沸，并保持溶液在微沸的状态，从滴定管中滴加样品溶液，待溶液颜色变浅时，以1滴/2sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点，记录消耗体积即为预测体积。

1.7 样品测定：用定量移液管吸取碱性酒石酸铜甲、乙液各5mL于150mL的锥形瓶中，加10mL蒸馏水及数粒玻璃珠。从滴定管中滴加比预测体积少1.0mL的样品溶液，将锥形瓶置电炉上迅速加热，务必在2min内至沸，并保持溶液在微沸的状态，从滴定管中滴加样品溶液，待溶液颜色变浅时，以1滴/2sec的速度滴至蓝色刚褪去为终点，记录样液消耗的总体积。同时平行操作3次，取其平均值。

1.8 结果计算

$$X = \frac{V_G \times c \times V_1}{m \times V_2 \times 1000} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

V_G —标定10mL碱性酒石酸铜液（甲、乙各5mL）消耗标准葡萄糖溶液的体积，mL；

c—标准葡萄糖溶液的浓度，mg/mL；

V_1 —酸解液中和后定容的体积，mL；

V_2 —测定时平均消耗样品溶液体积，mL；

m—样品质量，g；

1000—mg换算成g的换算系数；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

【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. 茯苓提取物

项 目	指 标
来源	多孔菌科茯苓 <i>Poria cocos</i> (Schw.) Wolf的干燥菌核 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8倍量水100℃提取3次，每次1 h）、过滤、浓缩、醇沉、干燥（50~60℃）、过筛、检验、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	10
感官要求	棕黄色，有特殊气味
目数	80目
干燥失重，%	≤5.0
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥20.0
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25

2. 乌梅提取物

项目	指 标
来源	蔷薇科植物梅 <i>Prunus mume</i> (Sieb.) Sieb. et Zucc的干燥近成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（12倍量水100℃提取2次，每次2 h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140℃，排风温度70℃）、过筛、检验、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	14.3
感官要求	黄色粉末，具有特殊的气味
目数	80目
干燥失重，%	≤5.0
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥15.0
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2

菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25

3. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物蒙古黄芪 <i>Astragalus membranaceus (Fisch.) bge. var. mongholicus (Bge.) Hsiao</i> 或膜荚黄芪 <i>Astragalus membranaceus (Fisch.) Bge</i> . 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（第一次8倍量水先浸泡12h，回流提取2h，过滤，再加入5倍量水回流提取2h）、浓缩、醇沉、真空干燥（60~70℃）、过筛、检验、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	10
感官要求	黄色粉末，有特殊气味
目数	80目
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥30
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25

4. 金银花提取物

项 目	指 标
来源	忍冬科植物忍冬 <i>Lonicera japonica Thunb.</i> 的干燥花蕾或带初开的花 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（12倍量水100℃提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度140℃，排风温度70℃）、过筛、检验、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，6kGy）等主要工艺制成
得率，%	8.3
感官要求	棕黄色固体粉末
目数	80目
绿原酸，%	≥5.0
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/100g	≤40
霉菌，CFU/g	≤25

酵母，CFU/g	≤25
----------	-----

5. 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。
