

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20110059

通正宁牌黄芪丹参葛根胶囊

- 【原料】 决明子提取物、葛根提取物、山楂提取物、黄芪提取物、丹参提取物、槐花提取物
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经混合、制粒、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	内容物呈褐色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，无变形、无破损，内容物为颗粒状或粉末状
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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
总蒽醌（以1，8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.21~0.27	1 总蒽醌的测定
水分，g/100g	≤8.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤8.0	GB 5009.4
崩解时间，min	≤30	《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	≤0.3	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

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器：分光光度计。

1.2 试剂

1.2.1 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL，加冰醋酸18mL。

1.2.2 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。

1.2.3 对照品溶液的制备：精密称取1，8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰醋酸溶解并稀释至50mL。

1.3 样品测定：精密称取25mg样品置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，残渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤2次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取3次，合并碱提取液，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL置100mL锥形瓶中，称重，置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀。同时精密量取对照品溶液2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处分别测定吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{W \times 10 \times E} \times 100\%$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1，8-二羟基蒽醌计），%；

E_1 —样品的吸光度值；

E—对照溶液的吸光度值；

W—样品重量，g。

【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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥1.74	1 总黄酮的测定
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥36.90	2 粗多糖的测定

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；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：食品中分子量大于10000的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀，与水溶液中单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的水溶性多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与水溶性粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以葡聚糖为标准参照物，以此计算食品中水溶性粗多糖含量。

2.2 试剂

除特殊注明外，所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.2.1 乙醇溶液(80%)：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.2 氢氧化钠溶液(100g/L)：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

2.2.3 铜储备溶液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀备用。

2.2.4 铜试剂溶液：取铜储备溶液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解，临用新配。

2.2.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀，临用新配。

2.2.6 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

2.2.7 苯酚溶液（50g/L）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置冰箱中可保存1个月。

2.2.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子质量 5×10^5 、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

2.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 离心机（3000r/min）

2.3.3 旋转混匀器

2.4 标准曲线制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg），分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 试样处理

2.5.1 试样提取：称取混合均匀的固体试样2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，过滤。弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.5.2 沉淀粗多糖：精密取2.5.1项续滤液5.0mL，置于20mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合5min，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3~4次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀，供沉淀葡聚糖。

2.5.3 沉淀葡聚糖：精密取2.5.2项终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，于沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心，弃去上清液，反复3次操作，残渣用10%硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

2.6 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀后，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

2.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中水溶性粗多糖含量(以葡聚糖计)，mg/g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

m—样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL。

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

【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. 决明子提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物决明 <i>Cassia obtusifolia</i> L. 或小决明 <i>Cassia tora</i> L. 的干燥成熟种子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（15倍量的70%乙醇回流提取3次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	浅棕色粉末，具特有滋味、气味
提取率（得率）	10:01
总蒽醌，%	≥1
总黄酮（以芦丁计），%	≥5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，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

2. 葛根提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物野葛 <i>Pueraria lobata</i> (Willd.) Ohwi 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（加15倍量水回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	棕黄色粉末，具特有滋味、气味
提取率（得率）	8:01
葛根素，%	≥5
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1

水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，mg/kg	无溶剂残留
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

3. 山楂提取物

项 目	指 标
来源	蔷薇科植物山里红 <i>Crataegus pinnatifida</i> Bge. var. <i>major</i> N. E. Br. 或山楂 <i>Crataegus pinnatifida</i> Bge. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（15倍量的70%乙醇回流提取3次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	棕色粉末，具特有滋味、气味
提取率（得率）	6:01
总黄酮（以芦丁计），%	≥10
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，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. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物蒙古黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> Fisch. Bge. var. <i>mongholicus</i> (Bge.) Hsiao或膜荚黄芪 <i>Astragalus membranaceus</i> (Fisch.) Bge. 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（15倍量的80%乙醇回流提取3次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	浅棕色粉末，具特有滋味、气味
提取率（得率）	8:01
总黄酮（以芦丁计），%	≥2
黄芪甲苷，%	≥0.3
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，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. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	为唇形科植物丹参 <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bge. 的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（15倍量的70%乙醇回流提取3次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	红棕色粉末，具特有滋味、气味
丹参酮II _A ，%	≥1
提取率（得率）	10:01
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，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. 槐花提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物槐Sophorajaponical. 的干燥花及花蕾 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（15倍量的70%乙醇回流提取3次，每次2h）、减压回收乙醇、浓缩、减压干燥（70℃，0.06MPa）、粉碎、过筛等工艺制成
感官要求	浅棕色粉末，具特有滋味、气味
总黄酮（以芦丁计），%	≥10
提取率（得率）	10:01
六六六，mg/kg	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
粒度	80目
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
砷（以As计），mg/kg	≤1
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
提取物溶剂残留，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