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G20100580

郭百年牌火麻仁郁李仁颗粒

【原料】 火麻仁、郁李仁、制大黄、枳椇子、菊花、莱菔子、栀子、决明子、当归、绿茶粉

【辅料】 葡萄糖

【生产工艺】 本品经过筛、提取（加水煮沸提取2次，第1次8倍量2.5h，第2次6倍量2h）、过滤、浓缩、混合、制粒、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】 聚酯/低密度聚乙烯药用复合膜、袋应符合YBB00182002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	灰黄色
滋味、气味	具中药香味，微甜，微苦，无异味
性状	干燥颗粒，均匀，无吸潮、结块、潮解等现象
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，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤3.0	GB 5009.4
溶化性	混悬液，有轻微沉淀	《中华人民共和国药典》
粒度	不能通过一号筛的与能通过五号筛的总和不能超过15%	《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	≤0.1	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），mg/100g	≥90	1 总黄酮的测定
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/kg	240~360	2 总蒽醌的测定

1 总黄酮的测定（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 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 总蒽醌的测定

2.1 仪器: 分光光度计。

2.2 试剂

2.2.1 混合酸溶液: 25%盐酸溶液2mL, 加冰醋酸18mL。

2.2.2 混合碱溶液: 取等量的10%氢氧化钠溶液和4%氨溶液混合。

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。

2.4 样品溶液的制备: 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, 药渣再加混合酸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, 分别用水30、20mL振摇洗涤乙醚液2次, 弃去水洗液, 乙醚液分别用混合碱溶液50、20、20mL提取3次, 合并碱提取液, 置于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(准确至0.01g), 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, 混匀即得。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, 即为样品供试液。

2.5 样品测定: 同时精密量取对照品溶液2.0mL, 置于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, 分别测定对照品溶液和供试品溶液的吸光度值。

2.6 结果计算

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

式中:

X—样品中总蒽醌含量(以1,8-二羟基蒽醌计), mg/100g;

E_1 —样品的吸光度值;

E—对照品的吸光度值;

W—样品取样量, 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”项下颗粒剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 火麻仁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 郁李仁: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 制大黄: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 枳椇子

4.1 来源: 科植物枳椇(*Hovenia dulcis* Thunb.)的干燥成熟种子。10~11月果实成熟时采收, 晒干, 除去果壳、果柄等杂质, 收集种子。

4.2 性状: 品呈扁平圆形, 背面稍隆起, 腹面较平坦, 直径3~5mm, 厚1~1.5mm。表面红棕色、棕黑色或绿棕色, 有光泽, 于放大镜下可见散在凹点, 基部凹陷处有点状淡色种脐, 顶端有微凸的合点, 腹面有纵行隆起的处脊。种皮坚硬, 胚乳乳白色, 子叶淡黄色, 肥厚, 均富油质。气微, 味微涩。以身干、色红棕、有光泽、无虫蛀、无杂质者为佳。

4.3 鉴别: 品横切面: 外表皮为一列栅状细胞, 长170~360 μ m, 宽约20 μ m, 胞腔窄缝状, 靠内壁处膨大, 外侧具光辉带。色素层细胞数列, 近卵形或多角形, 含棕色至棕红色物。内表皮排列较整齐。外胚乳细胞颓废, 具草酸钙方晶。内胚乳与子叶细胞中均充满糊粉粒及脂肪油滴, 内、外侧子叶细胞含圆簇状细小结晶。粉末黄白色至灰棕色。种皮栅状细胞淡黄色, 侧面观狭条形, 长170~360 μ m; 宽约20 μ m; 两端壁薄,

侧壁厚；项面观呈圆多角形，排列紧密，胞腔细小，色素细胞黄色至棕色，不规则多角形，大小不一。外胚乳颓废，细胞含草酸钙方晶，多角形或扁方形。内胚乳细胞壁稍增厚。子叶含圆簇状小结晶，直径3~8 μm；油滴众多。

4.4 检查：杂质（果壳、果柄等）不得过3%。

4.5 除去杂质，筛去灰屑，用时捣碎。

5. 菊花：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 莱菔子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 栀子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 当归：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

10. 绿茶粉

项 目	指 标
来源	绿茶
制法	经蒸汽杀青（5~7min）、干燥、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	绿色，粉末状，具有本品特有的滋气味
铅（以Pb计），mg/kg	≤3
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1

11. 葡萄糖：应符合《中华人民共和国药典》的规定。