

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080293

松珍牌生地黄女贞子胶囊

【原料】 生地黄、女贞子、枸杞子、葛根、松花粉

【辅料】 糊精

【生产工艺】 本品经提取（葛根、女贞子用8倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h；生地黄用水加热煎煮2次，每次2h；枸杞子用8倍量水煎煮2次，每次2h）、过滤、浓缩、混合、均质、喷雾干燥（进风温度160℃，出风温度90℃）、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】 塑料瓶应符合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	具本品特有香气，无异味，味苦
性状	长圆形硬胶囊，外形完整，无破损、泄漏等现象；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见杂质

【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
水分，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
乙醇残留量，μg/g	≤200	《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	≤0.10	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.10	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	≤1000	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
志贺氏菌	不得检出	GB 4789.5
溶血性链球菌	不得检出	GB 4789.11

【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（以葡聚糖计），mg/100g	≥310	1 粗多糖的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥480	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：分子量大于10000的多糖，经80%乙醇沉淀后，加入碱性铜试剂，选择性地从其他高分子物质中沉淀出葡聚糖，沉淀部分与苯酚-H₂SO₄反应，生成有色物质，在485nm条件下，有色物质的吸光度值与葡聚糖浓度成正比。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 旋转混匀器

1.2.4 恒温水浴锅

1.2.5 超声波清洗器

1.3 试剂

除特殊说明外，实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

1.3.1 80%乙醇：800mL无水乙醇加水200mL。

1.3.2 10% NaOH溶液：100g NaOH加蒸馏水稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和。

1.3.3 铜贮存液：称取3.0g CuSO₄·5H₂O、30.0g柠檬酸钠，加水溶解至1L。溶液可贮存2周。

1.3.4 铜应用溶液：取铜贮存液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g，临用新配。

1.3.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL10%氢氧化钠溶液，混匀。

1.3.6 10% H₂SO₄：取100mL浓硫酸用水稀释至1L。

1.3.7 5%苯酚溶液：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀备用。

1.3.8 葡聚糖标准液：称取0.5000g葡聚糖（分子量500,000D）已于105℃干燥4h至恒重，用水定容至50mL。

L, 葡聚糖标准浓度为10.0mg/mL。

1.3.9 葡聚糖标准应用液: 吸取葡聚糖标准液1.0mL, 用水定容至100mL, 葡聚糖终浓度为0.1mg/mL。

1.4 样品处理

1.4.1 样品提取: 称取样品2.000g, 加水80mL, 超声波清洗器中超声溶解30min, 沸水浴加热2h, 冷却至室温, 定容至100mL (V_1), 混匀后过滤, 弃初滤液, 收集续滤液。

1.4.2 沉淀高分子物质: 准确吸取1.4.1项下续滤液2.0mL (V_2), 于10mL离心管中, 迅速加入8mL无水乙醇混匀, 放置于冰箱中静止过夜, 以3000r/min离心15min, 弃去上清液, 残渣加80%乙醇至10mL于冰水中静放10min, 再以3000r/min离心15min, 弃去上清液。如此重复3次。残渣供沉淀葡聚糖用。

1.4.3 沉淀葡聚糖: 1.4.2项下残渣用2mL水溶解, 加入10% NaOH 2.5mL、铜应用溶液2.5mL, 混匀, 沸水浴中煮沸2min, 冰水冷却10min后, 以3000r/min离心15min, 弃去上清液, 残渣用洗涤液洗涤3次, 残渣供测定葡聚糖之用。

1.4.4 测定葡聚糖: 1.4.3项下残渣用2.0mL 10% H_2SO_4 溶解, 用水定容至50mL (V_3)。准确吸取2.0mL (V_4), 置于25mL比色管中, 加入1.0mL苯酚溶液, 在旋转混合器上混匀, 加入10.0mL浓硫酸在旋转混合器上混匀, 沸水浴煮沸15min, 冷却比色。从标准曲线上查得相应含量, 计算粗多糖含量。

1.5 标准曲线的制备: 精密吸取葡聚糖标准应用液0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00mL (分别相当于葡聚糖0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10、0.15、0.20mg), 补充水至2.0mL, 加入苯酚溶液1.0mL, 在旋转混合器上混匀, 加入浓硫酸10mL, 在旋转混合器上混匀, 沸水浴煮沸15min, 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玻璃比色皿测定吸光度值A, 以葡聚糖浓度为横坐标, A为纵坐标绘制标准曲线。

1.6 结果计算

$$X = \frac{(M_1 - M_2) \times V_3 \times V_1 \times 100}{V_4 \times V_2 \times M}$$

式中:

X—样品中粗多糖 (以葡聚糖计), mg/100g;

M_1 —样品测定液中葡聚糖的质量, mg;

M_2 —空白测定液中葡聚糖的质量, mg;

V_1 —样品提取时定容体积, mL;

V_2 —沉淀高分子物质取液量, mL;

V_3 —沉淀葡聚糖时定容量, mL;

V_4 —测定葡聚糖时取样体积, mL;

M—样品称量质量, g。

2 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))

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉

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

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 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。

2.2.2 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。

2.3 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。

【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. 生地黄、女贞子、枸杞子、葛根、糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 松花粉：应符合GB 31636《食品安全国家标准 花粉》及GH/T 1030《松花粉》的规定。
-