

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210148

域之康牌刺五加肉苁蓉片

【原料】 刺五加提取物、肉苁蓉提取物、淫羊藿提取物

【辅料】 玉米淀粉、聚维酮K30、羧甲淀粉钠、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、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	棕色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，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，%	≤ 10.0	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
松果菊苷, g/100g	≥2. 88	《中华人民共和国药典》中“肉苁蓉”项下“含量测定”规定的方法
毛蕊花糖苷, g/100g	≥0. 768	《中华人民共和国药典》中“肉苁蓉”项下“含量测定”规定的方法
淫羊藿苷, g/100g	≥1. 6	1 淫羊藿苷的测定

1 淫羊藿苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 甲醇: 色谱纯。

1.1.2 甲醇: 分析纯。

1.1.3 无水乙醇: 分析纯。

1.1.4 水: 实验室自制。

1.1.5 聚酰胺: 60-80目。

1.1.6 淫羊藿苷对照品: 含量为94.2%, 110737-201516, 中国食品药品检定研究院。

1.1.7 淫羊藿苷对照品使用液(线性考察): 精密称取淫羊藿苷2.42mg, 置10mL容量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 制成浓度为0.227964mg·mL⁻¹的对照品溶液, 冰箱2-10℃存放。

1.1.8 淫羊藿苷对照品使用液(准确度实验): 精密称取淫羊藿苷74.31mg, 置10mL容量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 制成浓度为7mg·mL⁻¹的对照品溶液, 冰箱2-10℃存放。

1.1.9 域之康牌芸康片: 生产厂家, 新疆华世丹药业有限公司; 批号: 20160322、20160323、20160324。

1.2 仪器

1.2.1 Thermo U3000高效液相色谱仪。

1.2.2 AB265-S电子天平(梅特勒-托利多公司)。

1.2.3 水浴锅(金坛市华峰仪器有限公司)。

1.2.4 JY92-2D超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司)。

1.3 分析步骤

1.3.1 供试品溶液制备: 将一定量样品研磨成粉末, 取研磨均匀的粉末1.0g(精确至0.00001g), 加入70%乙醇30mL, 超声提取20min, 过滤。用少量70%乙醇洗涤残渣, 收集滤液, 并定容至50mL, 混匀, 过滤。精密吸取滤液25mL置于蒸发皿中, 沸水浴上蒸干。蒸发皿中残渣用5mL水溶解, 上聚酰胺柱(60-80目, 5g, 内径1.5cm, 干法上柱), 以1mL/min的流速, 用水50mL淋洗, 弃去淋洗液, 用乙醇100mL洗

脱，收集洗脱液，沸水浴蒸干。残渣用少量70%乙醇溶解并移至100mL容量瓶中，再用70%乙醇多次洗涤并移入容量瓶，最后用70%乙醇定容至刻度，混匀，经0.22um的微孔滤膜过滤后进样。

1.3.2 标准曲线绘制：分别精密吸取8、6、5、4、2、1μL的淫羊藿苷对照品溶液，依次进样，以峰面积为纵坐标，进样量（μg）为横坐标，绘制标准曲线。

1.3.3 色谱条件

1.3.3.1 色谱柱：Waters XTERRA（250mm×4.6mm，5μm）。

1.3.3.2 检测器：VWD-3000，波长270nm。

1.3.3.3 流动相：甲醇+水=55+45（依据《中华人民共和国药典》第四部通则0512对原方法的甲醇+水=65+35进行调整：小比例组分的百分比例X大于33%时，允许改变范围为X-10%-X+10%）。

1.3.3.4 流速：1.0mL·min⁻¹

1.3.3.5 检测波长：270nm。

1.3.3.6 柱温：30℃。

1.3.3.7 样品进样量：10μL。

1.4 结果计算

试样中淫羊藿苷的含量按式（1）进行计算：

$$X=(c \times V \times F) / (m \times 1000) \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X—试样中淫羊藿苷的含量，g/100g；

c—由标准曲线求得进样液中淫羊藿苷的浓度，mg/mL；

V—试样定容体积，100，mL；

F—试样的稀释倍数，2；

m—试样的质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	为五加科植物刺五加 <i>Acanthopanax senticosu</i> s (Rupr. et Maxim.) Harms的干燥根和根茎或茎
制法	经粉碎、提取（10倍量乙醇回流提取3次，每次2h）、减压浓缩、干燥（70℃，真空度0.08MPa）等主要工艺制成
提取率，%	约15
感官要求	棕褐色粉末，具有本品特有的滋味、气味
刺五加苷，%	≥0.8
干燥失重，%	≤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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 肉苁蓉提取物

项 目	指 标
来源	列当科植物管花肉苁蓉 <i>Cistanche tubuLosa</i> (Schenk) Wight的干燥带鳞叶的肉质茎

制法	经粉碎、提取（10倍量75%乙醇回流提取2次，每次1h）、减压浓缩、干燥（70℃，真空度0.07-0.08MPa）等主要工艺制成
提取率，%	约10
感官要求	棕灰色粉末，具有本品特有的滋味、气味
松果菊苷，%	≥15
毛蕊花糖苷，%	≥4
苯乙醇总苷，%	≥40
水分，%	≤6.5
灰分，%	≤10
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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3、淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	小檗科植物淫羊藿 <i>Epimedium brevicomu</i> Maxim.、箭叶淫羊藿 <i>Epimedium sagittatum</i> (Sieb. et Zucc.) Maxim.、柔毛淫羊藿 <i>Epimedium pubescens</i> Maxim.或朝鲜淫羊藿 <i>Epimedium koreanum</i> Nakai的干燥叶
制法	经提取（16倍量70%乙醇回流提取3次，每次1.5h）、减压浓缩、干燥（70℃，真空度0.08MPa）等主要工艺制成
提取率，%	约8
感官要求	棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味
淫羊藿苷，%	≥8.0
干燥失重，%	≤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	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 聚维酮K30：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。