

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20120547

清松通爽牌通便片

QingSongTongShuangPaiTongBianPian

【配方】 黄芪、麦冬、白术、桑椹、黑芝麻、火麻仁、决明子、紫苏子、莱菔子、枳实、淀粉、D-甘露糖醇、硬脂酸镁、胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙基甲基纤维素、聚乙二醇4000、滑石粉、二氧化钛、氧化铁红）

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、过筛、混合、制粒、压片、包衣、包装等主要工艺加工制成。

【标志性成分含量测定】 应符合表1的规定。

表1 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
-----	-----	------

1 大黄素的测定

1.1 仪器：岛津高效液相色谱系统

1.2 色谱条件

1.2.1 色谱柱： C_{18} 柱， $4.6 \times 250\text{mm}$ ， $5\mu\text{m}$

1.2.2 流动相：甲醇-0.1%磷酸溶液=85:15

1.2.3 检测波长：254nm

1.2.4 流速：1mL/min

1.2.5 柱温：30℃

1.3 对照品溶液制备：取大黄素对照品适量，精密称定，加无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）混合溶液制成每1mL含大黄素 $10\mu\text{g}$ 的溶液，摇匀，即得。

1.4 供试品溶液制备：取样品适量，研匀，取2g，精密称定，置100mL锥形瓶中，精密加甲醇50mL，称定重量，水浴加热回流30min，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25mL，置100mL锥形瓶中，挥去甲醇，加10%盐酸溶液30mL，超声处理5min，水浴加热回流1h，冷却，移至分液漏斗中，用氯仿振荡提取4次，每次30mL，合并氯仿液，挥去氯仿，残渣用无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）溶解，移至10mL容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

1.5 测定：分别吸取上述对照品溶液、供试品溶液各 $10\mu\text{L}$ ，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算含量。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：样品中相对分子量大于 1×10^4 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地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应，以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算样品中粗多糖含量。

2.2 试剂

除特殊说明外，本方法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 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、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：取铜试剂储备液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。
- 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：精密称取干燥至恒重的葡聚糖标准品（分子量 5×10^5 ，纯度 $\geq 96\%$ ，购于中国计量科学研究院）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 标准曲线的绘制：精密称取葡聚糖标准使用液0、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，在旋转混合器中混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混合器上小心混匀，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 样品处理
 - 2.5.1 样品取样：取样品约2.0g，精密称量，置于100mL容量瓶中，加水80mL，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀，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50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇（v/v）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，混匀后供沉淀葡聚糖。
 - 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，置沸水浴中煮沸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，离心后弃去上清液，反复3次操作。残渣用10%（v/v）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，此溶液作为样品测定液。
- 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后于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温后用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白试验。
- 2.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

- X—样品中粗多糖的含量（以葡聚糖计），mg/100g；
- m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；
- m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m_3 —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。

【保健功能】 通便

【适宜人群】 便秘者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、慢性腹泻者

【食用方法及食用量】 每日2次, 每次3片, 口服

【规格】 1.02g/片

【贮藏】 密封、置干燥处

【保质期】 24个月
