

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G20120667

田耕牌罗布麻决明子杜仲胶囊

【原料】 罗布麻叶、杜仲、决明子、山楂

【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（8倍量70%乙醇加热回流提取2次，每次1.5h）、浓缩、真空干燥（80℃，0.08 MPa）、粉碎、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	内容物呈棕褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
状态	硬胶囊，外观完整光洁，无变形；内容物为颗粒，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	GB 5009.3
灰分，%	≤12	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
展青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.185

【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), g/100g	≥0.4	1 总黄酮的测定
总蒽醌(以1,8-二羟基蒽醌计), mg/100g	200~500	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

- 2.1.1 紫外可见分光光度计
2.1.2 恒温水浴箱
2.1.3 分析天平
2.1.4 玻璃回流装置

2.2 试剂

- 2.2.1 1,8-二羟基蒽醌标准品
2.2.2 乙醚：分析纯
2.2.3 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰醋酸18mL。
2.2.4 混合碱溶液：等体积10%的氢氧化钠和4%的氨溶液混合。
2.2.5 对照品溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品8mg，加冰醋酸溶解并定容至10.0mL，临用时再加冰醋酸稀释10倍。

2.3 标准曲线的绘制：精密吸取含蒽醌 $80\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL于25mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，1cm比色皿于525nm波长处分别测定吸光度值。以浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标绘制标准曲线，求回归方程。

2.4 样品测定：精密称取0.5g样品置于100mL烧瓶中，加混合酸溶液24mL，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，合并洗脱液。残渣再加混合酸溶液16mL，于沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液于分液漏斗中。分别用水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，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，摇匀，取约50mL置于100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，立即冷却至室温，称重，补加10%氨水溶液到原来的重量，混匀，分别测定吸光度值。

2.5 结果计算

$$X = \frac{A \times 100 \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

- X—样品总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；
A—样品相当于标准系列的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
m—样品称取量，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”项下胶囊剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 罗布麻叶、杜仲、决明子、玉米淀粉、硬脂酸镁、明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规

定。

2. 山楂：应符合《中华人民共和国药典》的规定，且展青霉素含量 $\leq 50\mu\text{g}/\text{kg}$ 。
