

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100156

沛缇牌玉竹白芷片

- 【原料】 菊花、黄精、紫苏、当归、白芷、白芍、玉竹、白果
- 【辅料】 微晶纤维素、磷酸氢钙、羧甲淀粉钠、二氧化硅、聚维酮k30、交联聚维酮、硬脂酸镁、羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000
- 【生产工艺】 本品经提取（加水85~90℃煎煮2次，分别6倍量4h、4倍量2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度190±5℃，出风温度90±5℃）、混合、压片、包衣、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】 高密度聚乙烯瓶应符合YBB00122002的规定；药用固体纸袋装硅胶干燥剂应符合YBB00122005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	包衣无色透明，片芯呈棕色
滋味、气味	具特殊气味
性状	薄膜包衣片，完整光洁
杂质	无肉眼可见的外来杂质

- 【鉴别】
- 1 黄精的鉴别
- 1.1 适用范围：本方法适用于沛缇牌玉竹白芷片的成品鉴别，鉴别为产品中黄精成分的鉴别。
- 1.2 试剂
- 1.2.1 乙醇。
- 1.2.2 丙酮。
- 1.2.3 氯仿-甲醇-醋酸（5:4:1）。
- 1.2.4 25%磷钼酸乙醇溶液。
- 1.2.5 黄精对照药材：中国食品药品检定研究院提供。
- 1.3 测定：取本品5片，研细，加乙醇30mL，加热回流60min，放冷，过滤，滤液蒸干，残渣加丙酮10mL，溶解，滤过，滤液浓缩至1mL，作为供试品溶液。另取黄精对照药材2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》2010版一部附录 VI B）试验，吸取上述两种溶液各5μ L，分别点于同一硅胶G薄层板上，以氯仿-甲醇-醋酸（5:4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以25%磷钼酸乙醇溶液，用热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色斑点。

- 【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, %	≤8	GB 5009.3
灰分, %	≤15	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

【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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4

【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
绿原酸, mg/100g	≥16.5	1 绿原酸的测定

1 绿原酸的测定

1.1 试剂与仪器

1.1.1 绿原酸对照品: 含量以100%计, 购自中国食品药品检定研究院。 1.1.2 乙腈: 色谱纯

1.1.3 水: 纯化水

1.1.4 磷酸: 分析纯

1.1.5 高效液相色谱仪: 附SPD-10A紫外检测器、色谱工作站

1.2 色谱条件

1.2.1 色谱柱: Luna C₁₈, 100A, 250×4.60mm, 5μm。

1.2.2 流动相: 乙腈-0.4%磷酸溶液=10:90。

1.2.3 检测波长: 327nm。

1.2.4 理论塔板数: 以绿原酸峰计算应不低于3000。

1.3 对照品溶液的制备: 精密称取绿原酸对照品约5mg, 置50mL容量瓶中, 加50%甲醇溶解并定容, 精密量取5mL, 置100mL容量瓶中, 用50%甲醇定容, 即为对照品溶液。

1.4 供试品溶液的制备: 取本品, 研细, 精密称取适量(约相当于本品2片), 置50mL容量瓶中, 加10mL甲醇, 振摇, 再加50%甲醇适量, 超声10min, 放冷, 用50%甲醇定容, 摇匀, 滤过, 取续滤液即为供试品溶液。

1.5 测定法: 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各20μL, 注入高效液相色谱仪, 按外标法以峰面积计算, 即得。

1.6 结果计算

$$X = \frac{A_{\text{样}} \times W_{\text{标}} \times 5}{A_{\text{标}} \times W_{\text{样}}}$$

式中：

X—样品中绿原酸的含量，mg/100g；

A_样—样品峰面积；

A_标—对照品峰面积；

W_标—对照品称取量，mg；

W_样—称样量，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”项下片剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 菊花、黄精、紫苏、当归、白芷、白芍、玉竹、白果、微晶纤维素、磷酸氢钙、羧甲淀粉钠、二氧化硅、聚维酮K30、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 交联聚维酮：应符合《进口药品注册标准 JX19990322》的规定：

本品为水不溶性N—聚乙烯—2吡咯烷酮交叉链多聚体。按无水物计算，含氮（N）应为11.0—12.8%。

【性状】本品为白色至类白色粉末，有吸湿性。本品在水或常用的有机溶剂中不溶。

【鉴别】

（1）取本品约1g，加水10mL混悬后，加0.1mol/L碘液0.1mL，振摇30秒，加淀粉指示剂1mL，摇匀，不产生蓝色。

（2）本品的红外光吸收图谱应于对照品的图谱一致（中国药典1995年版二部附录IV C）

【检查】

PH值：取本品0.5g，加水50mL混悬后，依法测定（中国药典1995年版二部附录 IV H），PH值应为5.0—8.0。

水中溶解物：取本品25.0g，置烧杯中，加水200mL，用5cm磁力搅拌子搅拌1小时后，移置250mL量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，静置，使固体沉淀，取上清液100mL，用滤纸滤过，在用孔径为0.45um的滤膜滤过，取澄清的滤液50mL，置110℃已恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干，于110℃干燥3小时，遗留残渣不超过75mg（1.5%）。

水分：取本品照水分测定法（中国药典1995年版二部附录VIII M第一法）测定，含水分不超过5.0%。

炽灼残渣：不超过0.4%（中国药典1995年版二部附录VIII N）

重金属：取炽灼残渣下遗留的残渣，依法检验（中国药典1995年版二部附录VIII H第二法），含重金属不得过百万分之十。

乙烯吡咯烷酮：取本品4.0g，置烧杯中，加水30mL，搅拌15分钟，离心，取上清液用孔径为10um的滤纸滤过，下层沉淀加水50mL，继续搅拌，离心，取上清液用孔径为10um的滤纸滤过，另取水50mL重复上述操作。合并滤液，置碘瓶中，加醋酸钠0.5g，滴加碘滴定液（0.1mol/L）至碘的颜色不再消失，精密加入碘滴定液（0.1mol/L）3mL，密塞，摇匀，静置10分钟，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定至终点时，

加淀粉指示液2mL，继续滴定至蓝色消失，并将滴定结果用空白试验校正。消耗碘滴定液（0.1mo/L）不超过0.72mL（0.1%）。

过氧化物：取本品0.1g，置100mL量杯中，加水25mL振摇2分钟，加三氯化钛硫酸试液〔见注1〕2mL，静置30分钟，滤过，取续滤液照分光光度法（中国药典1995年版二部附录IVA），以本品4%水溶液25mL与13%硫酸溶液2mL的混合液为空白，在405nm的波长处测定，吸收度不得过0.35（0.04%，以过氧化氢（H₂O₂）计）。

注1：三氯化钛硫酸试液的制备：取15%的三氯化钛盐酸溶液10mL，置三角烧瓶中加入硫酸 6.5mL，混匀，加足够的浓过氧化氢溶液显黄色（约20mL），加热至白烟冒出，放冷，加水稀释再加热至白烟冒出，放冷，重复此稀释于加热的过程数次，直至溶液成无色，加水稀释至100mL，既得。

【含量测定】取本品约23mg，精密称定，照氮测定法（中国药典1995年版二部附录VIID第二法），以硫酸钾—硫酸铜—二氧化钛（33：1：1）作为消化剂测定。每1mL的硫酸滴定液（0.005mol/）相当于0.1401mg的N。

【类别】药用辅料

【生产国家】德国

【生产单位】BASFaktiengesellschaft

【复核单位】上海市药品检验所

3. 羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
