

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100337

琪灵牌欧来欧胶囊

【原料】 决明子、薏苡仁（经辐照）、茯苓、葛根、泽泻、荷叶

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经辐照灭菌（薏苡仁适量，⁶⁰Co，5kGy）、提取（决明子、荷叶、泽泻、葛根分别加6、5倍量70%乙醇回流提取2次，分别2、1h；药渣加茯苓、剩余薏苡仁分别加10、8倍量水煎煮2次，分别2、1h）、过滤、浓缩、混合、减压干燥（-0.08~-0.085MPa，80℃）、粉碎、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】 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	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为颗粒
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	230~580	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9	GB 5009.3

灰分, %	≤8	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. 2	GB/T 5009. 19
滴滴涕，mg/kg	≤0. 1	GB/T 5009. 19

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

1.1.1 紫外分光光度计。

1.1.2 沸水浴箱。

1.1.3 回流装置。

1.2 试剂

1.2.1 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰醋18mL。

1.2.2 混合碱溶液：等体积10% NaOH和4% NH₃H₂O混合。

1.2.3 乙醚：分析纯。

1.2.4 1,8-二羟基蒽醌对照品（0.08mg/mL）：先用冰醋酸配成含蒽醌0.8mg/mL，临用时再用冰醋酸稀释10倍。

1.3 测定：称取样品1g，精密称定，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液10mL，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚20mL提取，提取液通过脱酯棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次10mL，残渣再加混合酸溶液10mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚15mL提取，并用乙醚洗涤残渣二次，每次10mL，合并乙醚液于分液漏斗中，分别用水40、30mL振摇二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度。混匀后取约50mL，置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷至室温，称重，补加10%氨液到原来重量，混匀待测。同时分别取含蒽醌0.08mg/mL的标准液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL，置于10mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min，以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定样品和各标准液的吸光度值，求回归方程并计算样品中总蒽醌的含量。

1.4 结果计算

$$X = M \times 10 \times 100 / W$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

M—由标准曲线算得被测液中总蒽醌量，mg；

W—样品重量，g。

【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
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥10	1 粗多糖的测定
葛根素，mg/100g	≥900	2 葛根素的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外，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。

1.1.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.1.2 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。

1.1.3 铜储备溶液：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。

1.1.4 铜试剂溶液：取铜储备溶液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。

1.1.5 洗涤剂：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.1.6 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。

1.1.7 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。

1.1.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量500000、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。

1.1.9 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1mL含葡聚糖0.10mg。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 离心机：3000r/min。

1.2.3 旋转混匀器。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.3.1项续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合5min后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%乙醇溶液数毫升洗涤，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。

1.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取1.3.2项终滤液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，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，反复操作3次。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。此溶液为样品测定液。

1.4 标准曲线的绘制：准确吸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，在旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，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。

1.5 样品测定：准确吸取样品测定液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，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，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。

1.6 结果计算

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

式中：

X—样品中粗多糖含量（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 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 葛根素的测定

2.1 试剂

除特殊注明外，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。

2.1.1 乙醇溶液（30%）：105mL水中加入无水乙醇45mL，混匀。

2.1.2 葛根素标准储备液：精密称取葛根素对照品10mg，置25mL容量瓶中，加30%乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.1.3 葛根素对照液：精密称量葛根素标准储备液2mL，置10mL容量瓶中，加30%乙醇至刻度，摇匀，即得80μg/mL的葛根素对照液。

2.2 仪器：高效液相色谱仪

2.3 色谱条件

2.3.1 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

2.3.2 流动相：甲醇-水=25:75。

2.3.3 检测波长：250nm。

2.3.4 理论塔板数：按葛根素峰计算应不低于4000。

2.4 样品处理：取样品粉末（过三号筛）约0.1g，精密称定其质量（m），置锥形瓶中，精密加入30%乙醇50mL，称定重量，加热回流30min，放冷，再称定重量，用30%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即为样品溶液。

2.5 测定：分别精密吸取葛根素对照液与样品溶液各10μL，注入高效液相色谱仪，测定。

2.6 结果计算

$$X = C_R \times \frac{A_X}{A_R} \times \frac{50}{m} \times 10^{-3} \times 100$$

式中：

X—样品中葛根素含量，mg/100g；

A_X —样品溶液的峰面积或峰高；

A_R —对照液的峰面积或峰高；

C_R —对照液的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m—样品质量，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. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 薏苡仁（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 茯苓：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 泽泻：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 荷叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改