

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G20090345

避风堂牌丹参泽泻枸杞子决明子山楂胶囊

【原料】 山楂、丹参、泽泻、枸杞子、决明子

【辅料】 木薯淀粉

【生产工艺】 本品经提取（第一次8倍量水，浸泡1.5h，微沸提取2h，第二次6倍量水微沸提取1.5h）、浓缩、醇沉（3倍量乙醇静置24h）、混合、干燥（80℃）、装囊、辐照灭菌（⁶⁰Co，4kGy）、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	内容物呈棕褐色至褐色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，外观完整光洁，无破损；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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	80~120	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤8	GB 5009.3
灰分，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤20	《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	≤0.003	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.007	GB/T 5009.19
展青霉素, μg/kg	≤50	NY/T 1650

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

1.1.1 对照品溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品（中国食品药品检定研究院）25mg，置于50mL容量瓶中，加冰乙酸适量使其溶解并稀释至刻度，摇匀。

1.1.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。

1.1.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。

1.1.4 10%氨水溶液：取10mL氨水置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 水浴锅等。

1.3 样品测定：精密称取一定质量样品（25mg左右），置于100mL圆底烧瓶中，加入混合酸溶液6mL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250mL分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣两次，每次5mL。残留物再加混合酸溶液4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣两次，每次5mL，合并乙醚液；用水30、20mL振荡洗涤两次，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。取约50mL，置于100mL磨口锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置于沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却（可以用冰水混合物）至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的定量，混匀。同时，精密量取对照品溶液2.0mL，置于100mL容量瓶中，加混合碱液稀释到刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处分别测定吸光度值。

1.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{m \times 10 \times E} \times 100$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），%；

E_1 —样品的吸光度值；

E—对照溶液的吸光度值；

m—样品质量，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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0.228	1 总黄酮的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥0.100	2 粗多糖的测定

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；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：食品中相对分子质量大于10000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萄糖结构的水溶性多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与水溶性粗多糖中葡萄糖的含量成正比，以葡萄糖为标准参照物并以此计算食品中水溶性粗多糖含量。

2.2 试剂

除特殊注明外，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 CuSO₄·5H₂O、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，临用新配。

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一个月。

2.2.8 葡萄糖标准储备溶液：精密称取在硫酸干燥器中干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡萄糖10.0mg。

2.2.9 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备溶液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡萄糖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 标准曲线制备：精密吸取葡萄糖标准使用液0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖0.000、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.100mg），分别置于25mL比色管中，准确补水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器中混匀，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，以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 试样处理

2.5.1 试样提取：称取混合均匀的固体试样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，过滤，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%乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡萄糖。

2.5.3 沉淀葡萄糖：精密取2.5.2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，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000rpm/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次后。残渣用10%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，此溶液为试样测定液。

2.6 试样测定：精密吸取试样测定液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，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，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算试样中水溶性粗多糖含量。同时做试样空白实验。

2.7 结果计算

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

式中：

X—试样中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；

m_1 —试样测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —试样空白液中葡萄糖质量，mg；

m—试样质量，g；

V_1 —试样提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用试样提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡萄糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —试样测定液总体积，mL；

V_6 —测定用试样测定溶液体积，mL。

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

2. 丹参、泽泻、枸杞子、决明子、木薯淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。