

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220315

颐兴堂牌首乌藤肉苁蓉片

- 【原料】 桑椹提取物（经辐照）、首乌藤提取物（经辐照）、肉苁蓉提取物、黑芝麻提取物
- 【辅料】 微晶纤维素、玉米淀粉、交联聚维酮、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、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	棕紫色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，完整光洁，有适宜硬度
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），g/100g	0.25-0.46	1 总蒽醌的测定
灰分，%	≤5.0	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
六六六，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
------------	------	--------------

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 带冷凝管的加热回流装置等。

1.2 试剂

1.2.1 5mol/L硫酸。

1.2.2 氯仿（分析纯）。

1.2.3 5%氢氧化钠（m/V）+2%氢氧化铵（m/v）（1+1）混合碱液。

1.2.4 1,8-二羟基蒽醌对照品：中国食品药品检定研究院。

1.2.5 1,8-二羟基蒽醌对照品贮备液：准确称取1,8-二羟基蒽醌对照品5.8mg，置于50mL容量瓶中，用混合碱液溶解，充分混匀，再用混合碱液稀释至刻度，配制成0.116mg/mL贮备液。

1.3 样品处理：准确称取均匀的样品粉末0.5～2g或适量，置于200mL带冷凝管的锥形瓶中，加5mol/L硫酸40mL，加热回流水解2h，稍冷后加氯仿30mL，水浴加热回流1h，分离出氯仿液，再加氯仿30mL，加热回流水解30min，分离出氯仿液，再加氯仿20mL，如此反复，提取至氯仿无色为止，收集氯仿提取液过滤，将滤液移至容量瓶中，用氯仿定容至刻度（V₁），摇匀，精密吸取一定量（10mL左右）（V₂）置分液漏斗中，用混合碱液（每次5mL）萃取至无色，将萃取液移至50mL容量瓶中，用混合碱液调至刻度。

1.4 标准曲线的绘制：精密吸取上述对照品贮备液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL（相当于1,8-二羟基蒽醌0.116、0.232、0.348、0.464、0.580mg），分别置于50mL容量瓶中，加混合碱液至刻度，摇匀，20min后以混合碱液作空白对照，于530nm波长处测定和记录相应的吸光度值，以1,8-二羟基蒽醌的质量为横坐标、吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。

1.5 结果计算

$$X = \frac{A \times V_1 \times 100}{m \times V_2}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8二羟基蒽醌计），mg/100g；

A—样液比色相当于标准品质量，mg；

V₁—氯仿提取液总体积，mL；

V₂—氯仿测定液体积，mL；

m—样品称取量，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
松果菊苷, g/100g	≥ 1.44	《中华人民共和国药典》中“肉苁蓉”项下“含量测定”规定的方法
粗多糖（以葡萄糖计）, g/100g	≥ 14.98	1 粗多糖的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度呈正比，在485nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 离心管：50mL或具塞15mL。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器

1.3 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 葡萄糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，此溶液1mL含10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.4 5%苯酚溶液（W/V）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液至冰箱中可保存1个月。

1.3.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.3.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合

1.4 测定步骤

1.4.1 样品提取：取成品研细混匀，称取混合均匀的样品1.0-2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集余下滤液供沉淀粗多糖。

① 添加淀粉或淀粉+糊精的样品：可取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中，冷却至60℃以下，加1mL 10%淀粉酶液和0.5mL 0.2M磷酸盐缓冲液，加塞，置55℃-60℃酶解1h，再加适量的糖化酶于60℃以下再水解60min后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸，冷却，定容，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取上滤液5.0mL（V₂），置于50mL离心管中（或2.0mL于15mL具塞离心管中），加入无水乙醇20mL（或8mL），混匀，于4℃冰箱静置4h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10-25mL（V₃）。

1.4.3 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.0mL置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在旋涡混合器中混匀，小心加入浓硫酸10mL在旋涡混合器中混匀，置沸水浴中加热2min，冷却至室温，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。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4.4 样品测定：准确吸取上液适量（V₄）（含糖0.02~0.08mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.4.3法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量，mg/100g；
m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
m₂—样品质量，g；
V₁—样品提取液总体积，mL；
V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
V₃—粗多糖溶液体积，mL；
V₄—测定用样品液体积，mL；
0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

【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. 桑椹提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	桑科植物桑 <i>Morus alba</i> L. 的干燥果穗
制法	经提取（30、20、20倍量水煎煮提取3次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150℃，出风温度70℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5KGy）等工艺加工制成
得率，%	12.5
感官要求	红棕色粉末，具本品特有的滋味、气味
细度	80目
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥35
水分，%	≤10.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 首乌藤提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	蓼科植物何首乌 <i>Polygonum multiflorum</i> Thunb. 的干燥藤茎
制法	经提取（10倍量水煎煮提取3次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度165℃，出风温度90℃）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5KGy）等工艺制成
得率，%	约14.29
感官要求	浅棕色粉末；具本品特有的滋味、气味
细度	80目
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥20
总蒽醌（以1, 8-二羟基蒽醌计），%	1.14-2.13
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2

菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU /g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 肉苁蓉提取物

项 目	指 标
来源	列当科植物肉苁蓉 <i>Cistanche deserticola</i> Y. C. Ma 的干燥带鳞叶的肉质茎
制法	经提取（8倍量75%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、干燥（温度70℃，真空度0.08MPa）等工艺制成
得率, %	约11.1
感官要求	棕褐色粉末；具本品特有的滋味、气味
细度	80目
松果菊苷, %	≥10
水分, %	≤6.5
灰分, %	≤10
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 黑芝麻提取物

项 目	指 标
来源	脂麻科植物脂麻 <i>Sesamum indicum</i> L. 的干燥成熟种子
制法	经提取（12倍量85%乙醇回流提取3次，每次3h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度160℃，出风温度80℃）等工艺加工制成
得率, %	约2
感官要求	灰白色粉末；具本品特有的滋味、气味
细度	80目
芝麻素, %	≥15
水分, %	≤10.0
灰分, %	≤5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤30000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母, CFU /g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 交联聚维酮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
