

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200030

吉美牌淫羊藿杜仲片

- 【原料】淫羊藿提取物、杜仲提取物、巴戟天提取物、枸杞子提取物、西洋参提取物
- 【辅料】羧甲基淀粉钠、可可粉、玉米淀粉、硬脂酸镁、甜菊糖苷
- 【生产工艺】本品经混合、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	灰色至灰棕色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，片形完整、光洁、无裂片
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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
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

【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), mg/100g	≥240	1 总黄酮的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), mg/100g	≥512	2 总皂苷的测定

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 总皂苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 试剂

- 2.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。
2.1.2 正丁醇: 分析纯。
2.1.3 乙醇: 分析纯。
2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。
2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。
2.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
2.1.7 高氯酸: 分析纯
2.1.8 冰乙酸: 分析纯
2.1.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

2.2 仪器

- 2.2.1 比色计
2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

- 2.3.1.1 固体试样: 称取1.000g左右的试样(根据试样含人参量定), 置于100mL容量瓶中, 加少量水, 超声30min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。
2.3.1.2 液体试样: 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取1.0mL试样放水浴挥干, 用水浴溶解残渣, 用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样: 吸取1.0mL试样(假如浓度高、或颜色深, 需稀释一定体积后再取1.0mL)进行柱层析。

2.3.2 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL已处理好的试样溶液(见2.3.1), 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

2.3.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入5mL带塞刻度离心管中, 60℃水浴上加热10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀后, 以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

2.3.4 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液(2.0mg/mL)100 μL 放蒸发皿中, 放在水浴挥干(低于60℃), 或热风吹干(勿使过热), 以下操作从“2.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

2.4 计算:

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

- X—试样中总皂苷含量(以人参皂苷Re计), g/100g;
 A_1 —被测液的吸光度值;

A_2 —标准液的吸光度值；
 C —标准管人参皂苷Re的量， μg ；
 V —试样稀释体积， mL ；
 m —试样质量， g 。

计算结果保留二位有效数字。

【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. 淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	淫羊藿 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8、6、6倍量60%食用酒精80℃回流提取3次，分别1.5h、1h、1h）、过滤、减压回收酒精、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃，出风温度80~90℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	8.9~9.5
感官要求	绿棕色粉末
淫羊藿苷，%	≥ 2
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	≤ 0.1
滴滴涕， mg/kg	≤ 0.1
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	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 杜仲提取物

项 目	指 标
来源	杜仲 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（10、8倍量70%食用酒精70℃回流提取2次，每次2h）、过滤、减压回收酒精、浓缩、真空干燥（ $<-0.08\text{Mpa}$ 、70℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
得率，%	6.43~6.91
感官要求	棕色粉末
松脂醇二葡萄糖苷，%	≥ 0.8
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 巴戟天提取物

项 目	指 标
来源	巴戟天 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8、6倍量75%食用酒精70℃回流提取2次，每次2h）、过滤、减压回收酒精、离心（18000rpm）、减压浓缩、真空干燥（<-0.08Mpa、70℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
得率，%	8.8~9.4
感官要求	棕黄色粉末
总黄酮（以芦丁计），%	≥2.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 枸杞子提取物

项 目	指 标
来源	枸杞子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（10、8倍量纯化水100℃煎煮提取2次，每次2h）、过滤、减压浓缩、醇沉（加4倍量食用酒精静置24h，去上清液；沉淀物加入纯化水80℃溶解，加入3倍量食用酒精，静置24h，去上清液）、沉淀溶解、离心（18000rpm）、喷雾干燥（进风温度180~200℃、出风温度75~85℃）、包装等主要工艺制成
得率，%	7.4~7.8
感官要求	黄色粉末
水分，%	≤6.0
灰分，%	≤5.0
多糖（以葡萄糖计），%	≥20
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	≤0.1

滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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. 西洋参提取物

项 目	指 标
来源	西洋参 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（8、6、6倍量70%食用酒精80℃回流提取3次，分别2h、1.5h、1.5h）、过滤、减压回收酒精（-0.07Mpa、60~70℃）、离心（18000rpm）、减压浓缩、真空干燥（<-0.08Mpa、70℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
得率, %	9.2~9.8
感官要求	淡黄色粉末
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
总皂苷, %	≥8
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	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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

6. 羧甲基淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 可可粉：应符合GB/T 20706《可可粉》的规定。

8. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

10. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。
