

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200255

大志牌葛根地骨皮胶囊

【原料】 葛根、地骨皮、桑叶、刺五加、胡芦巴

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（葛根、刺五加、胡芦巴合并，加10倍80%乙醇80℃回流2h，2次；葛根等药渣与地骨皮、桑叶合并，加10倍水煎煮1.5h，2次，滤过、分别合并滤液）、浓缩、混合、减压干燥（60℃，-0.06MPa）、粉碎、过筛、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】 药用聚氯乙烯（PVC）硬片应符合YBB00212005的规定，药品铝箔应符合YBB00152002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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	微苦、具本品固有的滋味，无异味
性状	硬胶囊，平整光滑，无破裂；内容物为干燥疏松粉末
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
葛根素，g/100g	≥2.8	《中华人民共和国药典》中“葛根”项下“含量测定”规定的方法
水分，%	≤9.0	GB 5009.3

灰分，%	≤9.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.1	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），g/100g	≥0.5	1 总黄酮的测定
粗多糖（以葡聚糖计），g/100g	≥1.8	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;

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 粗多糖的测定

2.1 仪器

2.1.1 分光光度计。

2.1.2 离心机。

2.1.3 旋转混匀器。

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 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀备用。

2.2.4 铜试剂溶液: 取铜储备液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月。

2.2.8 葡聚糖标准储备溶液: 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。此溶液每毫升含葡聚糖10.0mg。

2.2.9 葡聚糖标准使用液: 吸取葡聚糖标准储备液1.00mL, 置于100mL容量瓶中, 加水至刻度, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖0.10mg。

2.3 标准曲线制备: 精密吸取葡聚糖标准使用液00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡聚糖0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、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。

2.4 样品的制备

2.4.1 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。

2.4.2 沉淀粗多糖: 精密吸取2.4.1续滤液5.0mL或液体样品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%(v/v)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, 供沉淀葡聚糖。

2.4.3 沉淀葡聚糖: 精密吸取1.4.2项下溶液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3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用洗涤剂数毫升

洗涤，离心，弃去上清液，反复3次操作，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。

2.5 样品测定 精密吸取样品测定液2.0 mL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后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。同时作样品空白实验。

2.6 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—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计)，mg/g；

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质量，mg；

m—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。

【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. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 地骨皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 桑叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 刺五加：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 胡芦巴：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-