

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200303

孟氏牌葛根绞股蓝山楂胶囊

【原料】 山楂提取物、绞股蓝提取物、葛根提取物、决明子提取物

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，≤4kGy）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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品固有气味，口尝味苦涩
状态	硬胶囊，完整光洁、无破裂；内容物为粉末
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
总蒽酯（以1，8二羟基蒽醌计）， g/100g	0.03~0.7	1 总蒽醌的测定
水分， %	≤9.0	GB 5009.3
灰分， %	≤8.0	GB 5009.4

崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
展青霉素，μg/kg	≤10.0	GB 5009.185

1 总蒽醌的测定

1.1 原理：蒽醌类化合物经酸水解用氯仿提取后，再用稀碱液萃取，与1，8-二羟基蒽醌对照品比较，在分光光度计530nm处比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 带冷凝管的加热回流装置。

1.3 试剂

1.3.1 5mol/L硫酸。

1.3.2 氯仿（AR）。

1.3.3 5%氢氧化钠（m/V）+2%氢氧化铵（m/V）（1+1）混合碱液。

1.3.4 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。

1.4 测定步骤

1.4.1 样品处理：准确称取胶囊内容物粉末1.5g，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（ V_1 ），摇匀，精密吸取一定量（10mL）左右（ V_2 ），置分液漏斗中，用混合碱液（每次5mL）萃取至无色，用混合碱液调至刻度。

1.4.2 标准曲线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（以1，8二羟基蒽醌计），mg/100g（mL）；

A—样液比色相当于标准品质量，mg；

V_1 —氯仿提取液总体积，mL；

V_2 —氯仿测定液体积，mL；

m—样品质量，g（mL）。

【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	$\leq 0. 92$	GB 4789. 3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤ 50	GB 4789. 15
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	GB 4789. 4
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$	GB 4789. 10

【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), %	$\geq 2. 5$	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), %	$\geq 3. 0$	2 总皂苷的测定
葛根素, %	$\geq 10. 0$	按《中华人民共和国药典》中“葛根”项下“含量测定”规定的方法

1 粗多糖的测定

1.1 原理：食品中分子量 >10000 的高分子物质在800mL/L乙醇溶液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其颜色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

1.2 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。

1.2.1 乙醇溶液（800mL/L）：20ml水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 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。

1.2.3 铜储备液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀备用。

1.2.4 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。

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

1.2.6 硫酸溶液（100mL/L）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

1.2.7 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。

1.2.8 葡聚糖标准储备溶液：精密称取分子量 5×10^5 干燥至恒重的葡聚糖0.5000g标准品，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每mL含10.0mg葡聚糖。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备溶液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mL含0.10mg葡聚糖。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 离心机。

1.3.3 旋转混匀器。

1.4 分析步骤

1.4.1 标准曲线制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0.0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖0.0、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10mg）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。

1.4.2 样品处理

1.4.2.1 样品提取精密称取混合均匀的胶囊内容物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，收集余下滤液供沉淀多糖。

1.4.2.2 沉淀粗多糖精密取1.4.2.1项下滤液5.0mL或液体样品5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀后，以3000rpm离心5min，弃去上清液。残渣用800mL/L乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，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。

1.4.2.3 沉淀葡聚糖：精密取1.4.2.2项下溶液2.0mL，置于20mL离心管中于蒸发皿中，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3次操作后，残渣用100mL/L硫酸溶液2.0mL溶解并转移至25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.4.3 样品测定：精密吸取样品测定液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。从标准曲线上查出葡聚糖质量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

1.5 结果计算

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6 \times 1000}$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（以葡聚糖计），g/100g；

W₁—样品测定液中粗多糖的质量，mg；

W₂—样品空白液中粗多糖的质量，mg；

M—样品重量，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—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用样品测定溶液体积，mL。

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：取20粒胶囊内容物混匀，取约0.5~1g，精密称定，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。
- 2.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm Amberlite-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）100μL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；
- A₁—被测液的吸光度值；
- A₂—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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 山楂提取物

项 目	指 标
	蔷薇科植物山里红 <i>Cralaegus pinnatifida. Bg</i>

来源	<i>e. var. major</i> N. E. Br. 或山楂 <i>Crataegus pinna</i> <i>tifida</i> Bge. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、提取（煮沸提取2次，分别10倍量1 h、8倍量0.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进 风温度180℃，出风温度95℃）、粉碎、过 筛、包装等主要工艺制成
提取率，%	25~30
感官要求	浅黄色至棕褐色，具本品固有气味，口尝味 甜，粉末状，无正常视力可见外来异物
粗多糖，%	≥5.0
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
目数, 通过80目，%	≤100
展青霉素，μg/kg	≤10.0
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 绞股蓝提取物

项 目	指 标
来源	葫芦科植物绞股蓝 <i>Gynostemma pentaphyllum</i> <i>makino</i> 干燥地上部分应符合《中华人民共和国 药典》的规定
制法	经洗净、提取（10、8倍量50%乙醇回流提取2 次，每次2h）、过滤、浓缩、沉降、真空干燥 （60~80℃，-0.08~0.09MPa）、粉碎、过 筛、包装等主要工艺制成
提取率，%	8~11
感官要求	棕色，具本品固有气味，口尝味苦涩；粉末 状，无正常视力可见外来异物
绞股蓝总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥15.0
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
目数, 通过80目，%	≤100
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 葛根提取物

项 目	指 标
	豆科植物野葛 <i>Pueraria lobata</i> (Willd.) Ohw

来源	的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经洗净、粗碎、提取（8、6倍60%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、萃取（1倍量乙酸乙酯萃取3次）、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~205℃，出风温度90~105℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
提取率，%	5~8
感官要求	浅黄色至棕褐色，具有本品固有气味，口尝味苦涩；粉末状，无正常视力可见外来异物
葛根素，%	≥80.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤6.0
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
目数,通过80目，%	≤100
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 决明子提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物决明 <i>Cassia obtusifolia</i> L. 或小决明 <i>Cassia tora</i> L. 的干燥成熟种子应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（加水煮沸提取2次，分别10倍量1h，8倍量0.5h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180℃，出风温度95℃）、粉碎、过筛、混合包装等主要工艺制成
提取率，%	8~12
感官要求	棕绿色，具本品固有气味，口尝味苦涩，粉末状，无正常视力可见外来异物
总蒽醌，g/100g	0.3~8.0
大黄酚（按干品计），%	≥0.01
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
目数,通过80目，%	≤100
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 玉米淀粉：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