

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20110164

冠中牌升麻骨碎补胶囊

【原料】 骨碎补、淫羊藿、升麻、碳酸钙、大豆提取物、酪蛋白磷酸肽

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（骨碎补、淫羊藿、升麻经10倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、减压干燥（80℃，-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、装囊、包装、辐照灭菌（<sup>60</sup>Co，5KGY）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                 |
| 滋味、气味 | 具中药特有气味，无异味             |
| 性状    | 硬胶囊，完整光洁，无粘结，无破损；内容物为粉末 |
| 杂质    | 无肉眼可见的杂质                |

【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        |
|----------------|-------|-------------|
| 水分，%           | ≤7.0  | GB 5009.3   |
| 灰分，%           | ≤18.0 | 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  | ≤1000 | 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         |
| 沙门氏菌         | 不得检出  | GB 4789.4          |
| 金黄色葡萄球菌      | 不得检出  | 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                            |
|-------------------|------------|---------------------------------|
| 总黄酮（以芦丁计）， g/100g | ≥1.92      | 1 总黄酮的测定                        |
| 钙（以Ca计）， g/100g   | 6.30~10.50 | GB 5009.92中“第二法 EDTA滴定法”        |
| 大豆异黄酮总量, g/100g   | ≥1.5       | 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定 |
| 大豆苷, mg/100g      | ≥40        | 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定 |
| 大豆苷元, g/100g      | ≥1.4       | 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定 |
| 染料木素, mg/100g     | ≥55        | 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定 |
| 染料木苷, mg/100g     | ≥18        | 1 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定 |

## 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<sub>1</sub>—测定用试样体积，mL；  
V<sub>2</sub>—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

## 2 大豆异黄酮总量、大豆苷、染料木苷、染料木素、大豆苷元的测定

2.1 原理：样品经均匀取样、提取、浓缩等前处理后，采用高效液相色谱法进行定性和定量检测。

### 2.2 试剂

2.2.1 水：除非另有说明，在分析中仅使用重蒸水。

2.2.2 乙腈：色谱纯。

2.2.3 甲酸：色谱纯。

2.2.4 大豆异黄酮标准溶液：准确称取大豆苷元、大豆苷、染料木素、染料木苷标准品适量，用68%乙腈溶液溶解并配制成浓度分别为0.2mg/mL的混合标准溶液。

### 2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：附DAD检测器或紫外检测器。

2.3.2 超声波清洗器。

2.4 样品处理：取20粒以上胶囊样品进行粉碎，混匀，根据样品含量，精密称取0.2~2.0g样品于具塞锥形瓶中，精密称定，精密加入甲醇50mL，称定重量，超声处理30min，放至室温，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，过0.45μm的微孔滤膜，作为样品溶液。

### 2.5 色谱条件

2.5.1 色谱柱：Agilent zorbax SB反相C<sub>18</sub>柱，5μm，4.6×250mm。

2.5.2 柱温：25~30℃。

2.5.3 流动相：0.2%甲酸-乙腈按以下梯度表组成

| 时间 (min) | 0.1%甲酸 (%) | 乙腈 (%) |
|----------|------------|--------|
| 0        | 90         | 10     |
| 18       | 78         | 22     |
| 25       | 78         | 22     |
| 43       | 70         | 30     |
| 45       | 50         | 50     |

2.5.4 流速：1.0mL/min。

2.5.5 进样量：10~20μL。

2.6 测定：取10~20μL样品溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰面积通过标准曲线计算含量。

2.7 标准曲线的制备：分别配制浓度为0.01~0.2mg/mL系列标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，进样量10μL，以峰面积y对进样量x(μg)作标准曲线，求得每种大豆异黄酮的标准曲线方程 $y_i = a_i x_i + b_i$ 。

### 2.8 结果计算

$$X = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

$$X_i = \frac{[(y_i - b_i) / a_i] \times V_1 \times 100}{M \times V_o \times 1000}$$

(i分别为1、2、3、4，分别代表上述4种大豆异黄酮成分。)

式中：

- X—样品中大豆异黄酮总量，g/100g；
- $X_i$ —样品中被测单一成分的含量，g/100g；
- $y_i$ —样品中被测成分的峰面积；
- $a_i$ —由标准曲线方程所得a值；
- $b_i$ —由标准曲线方程所得b值；
- $V_1$ —样品溶液总定容体积，mL；
- M—取样量，g；
- $V_2$ —样品溶液进样量， $\mu\text{L}$ 。

【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.骨碎补：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 2.淫羊藿：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.升麻：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 4.碳酸钙：应符合GB 1886.214《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸钙（包括轻质和重质碳酸钙）》的规定。
- 5.大豆提取物

| 项 目              | 指 标                                                                                           |
|------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源               | 大豆<br>应符合食品安全国家标准                                                                             |
| 制法               | 粉碎、提取（分别用8倍量80%乙醇60℃提取3次，每次3h）、过滤、浓缩、95%乙醇洗脱3次，减压浓缩（相对密度1.2~1.3，60~65℃）、真空干燥（80℃，-0.1MPa）、包装。 |
| 提取率，%            | 20                                                                                            |
| 感官要求             | 淡黄色、具大豆特有气味、粉末、无结块，无肉眼可见的杂质。                                                                  |
| 总黄酮（以芦丁计），g/100g | ≥1.92                                                                                         |
| 钙（以Ca计），g/100g   | 6.30~10.50                                                                                    |
| 大豆异黄酮总量，g/100g   | ≥1.5                                                                                          |
| 大豆苷，mg/100g      | ≥40                                                                                           |
| 大豆苷元，g/100g      | ≥1.4                                                                                          |
| 染料木素，mg/100g     | ≥55                                                                                           |
| 染料木苷，mg/100g     | ≥18                                                                                           |
| 大豆异黄酮含量（以干基计），%  | ≥25                                                                                           |
| 水分，%             | ≤5.0                                                                                          |
| 目数               | 80                                                                                            |
| 铅（以Pb计），mg/kg    | ≤1.5                                                                                          |
| 总砷（以As计），mg/kg   | ≤1.0                                                                                          |
| 菌落总数，CFU/g       | ≤1000                                                                                         |
| 大肠菌群，MPN/g       | ≤0.92                                                                                         |
| 霉菌，CFU/g         | ≤25                                                                                           |

|          |      |
|----------|------|
| 酵母，CFU/g | ≤25  |
| 金黄色葡萄球菌  | 不得检出 |
| 沙门氏菌     | 不得检出 |

6.酪蛋白磷酸肽：应符合GB 31617《食品安全国家标准 食品营养强化剂 酪蛋白磷酸肽》的规定。

7.糊精：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。

---