

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230022

纳佰康牌首乌藤刺五加胶囊

【原料】 炒酸枣仁、首乌藤、刺五加、五味子

【辅料】 糊精

【生产工艺】 本品经提取（炒酸枣仁、首乌藤、刺五加、五味子，加12、10倍量水煎煮2次，每次2h，第一次煎煮前浸泡2h）、过滤、浓缩、减压干燥（70℃，-0.06~-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、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】 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	内容物呈棕黄色至棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	味微苦，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为颗粒及粉末
杂质	无正常视力可见的外来异物

【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，g/100g	0.1~0.6	1 总蒽醌的测定
酸枣仁苷（以酸枣仁皂苷A计），mg/100g	≥16.8	2 酸枣仁苷的测定
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤7.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

- 1.1 适用范围：本方法适用于样品中总蒽醌的测定。
- 1.2 原理：本品主要含结合态蒽醌和游离态蒽醌，将本品用混合酸溶液加热水解，将结合态蒽醌水解成游离态蒽醌，利用蒽醌类成分可与碱液发生明显显色反应，与标准对照溶液进行比较，来测定样品中总蒽醌的含量。
- 1.3 试剂
- 1.3.1 1,8-二羟基蒽醌对照品：含量≥98.0%。
- 1.3.2 对照品溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品25.0mg，加冰乙酸溶解并稀释至50mL。
- 1.3.3 盐酸：分析纯。
- 1.3.4 冰乙酸：分析纯。
- 1.3.5 10%氢氧化钠溶液：分析纯，称取氢氧化钠50g，加水稀释至500mL。
- 1.3.6 4%氨溶液：分析纯，量取80mL浓氨溶液，加水稀释至500mL。
- 1.3.7 10%氨溶液：分析纯，量取40mL浓氨溶液，加水稀释至100mL。
- 1.3.8 25%盐酸溶液：分析纯，吸取70mL盐酸，加水稀释至100mL。
- 1.3.9 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL，加冰乙酸18mL。
- 1.3.10 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。
- 1.4 仪器
- 1.4.1 分光光度计。
- 1.4.2 水浴锅。
- 1.4.3 回流装置。
- 1.5 试样制备：取供试品20粒，倾出内容物，研匀待用。取粉末0.2g，精密称定，置100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，药渣再加混合酸4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL置100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷却至室温，称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀。
- 1.6 操作步骤：精密量取对照品溶液2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定对照溶液和供试品溶液的吸光度。
- 1.7 结果计算

$$X = \frac{E_{\text{样}} \times M_{\text{对}}}{E_{\text{对}} \times M_{\text{样}} \times 25 \times 10}$$

式中：

- X—试样中总蒽醌含量，g/100g；
E_样—试样溶液吸光度值；
E_对—对照品溶液吸光度值；
M_样—试样取样量，g；
M_对—对照品取样量，mg。

结果要求：计算结果保留三位有效数字。

2 酸枣仁苷的测定

2.1 色谱条件与系统适用性试验：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B；按下表中的规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测。理论板数按酸枣仁皂苷A峰计算应不低于2000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	20→40	80→60
15~28	40	60
28~30	40→70	60→30
30~32	70→100	30→0

2.2 对照品溶液的制备：取酸枣仁皂苷A对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1mL含0.1mg的溶液，即得。

2.3 供试品溶液的制备：取供试品胶囊20粒，倾出内容物，研匀，称取样品约3.0g于50mL离心管内，加入20mL的50%甲醇溶液，旋涡振荡混合10sec，放入超声波振荡器中，超声提取20min，以3000r/min离心3min，用0.45μm有机系针头过滤器过滤上层清液至液相色谱仪样品瓶中待进样。

2.4 测定法：分别精密吸取对照品溶液5μL、20μL，供试品溶液10μL，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数学方程进行计算，即得。

【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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.91	1 总皂苷的测定
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0.55	2 总黄酮的测定

1 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））

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，Sigma化学公司、U. S. A. 。

1.1.2 正丁醇：分析纯。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸：分析纯

1.1.8 冰乙酸：分析纯

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计

1.2.2 层析柱

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

1.3.2 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1.3.1），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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.4 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。

2 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））

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉

2.1.2 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。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 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。

2.2.2 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。

2.3 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。

【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. 炒酸枣仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 首乌藤：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 刺五加：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-