

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20200377

## 达仁堂牌葛根余甘子姜黄素片

【原料】 葛根、枳椇子、余甘子、姜黄素

【辅料】 D-甘露糖醇、薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀、亮蓝铝色淀、滑石粉）、羟丙甲纤维素、交联聚维酮、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（葛根、枳椇子、余甘子，10倍量水煎煮2次，每次1.5h）、过滤、减压浓缩、喷雾干燥（进风温度170~180℃，出风温度95~100℃）、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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	包衣呈绿色，片芯呈浅棕色至棕褐色，色泽均匀
气味、滋味	具本品特有的滋味、气味
性状	薄膜包衣片剂，完整光洁，有适宜的硬度
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
灰分, g/100g	≤10.0	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
柠檬黄, g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35
亮蓝, g/kg	≤0.3	GB/T 5009.35
胭脂红, g/kg	≤0.1	GB/T 5009.35

【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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤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
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥3.0	1 总黄酮的测定
葛根素, g/100g	≥2.0	2 葛根素的测定

## 1 总黄酮的测定

### 1.1 仪器

- 1.1.1 紫外-可见分光光度计。
- 1.1.2 电子天平。
- 1.1.3 数控超声波清洗器。
- 1.1.4 数显恒温水浴锅。
- 1.1.5 低速大容量离心机。

### 1.2 试剂

- 1.2.1 甲醇: 分析纯。
- 1.2.2 无水乙醇: 分析纯。
- 1.2.3 亚硝酸钠: 分析纯。
- 1.2.4 硝酸铝: 分析纯。

1.2.5 氢氧化钠：分析纯。

1.2.6 5%亚硝酸钠溶液：密称取5g亚硝酸钠于100mL量瓶中，用水溶解并定容至刻度，摇匀，即得。

1.2.7 10%硝酸铝溶液：精密称取10g硝酸铝于100mL量瓶中，用水溶解并定容至刻度，摇匀，即得。

1.2.8 4%氢氧化钠溶液：密称取4g氢氧化钠于100mL量瓶中，加水溶解并定容至刻度，摇匀，即得。

1.3 对照品溶液的制备：精密称取芦丁对照品10mg，加甲醇制成每1mL含0.1mg芦丁的溶液，即得。

1.4 供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.4g，精密称定，置于25mL容量瓶中，加约20mL水，超声处理（功率250W，频率40kHz）10min，取出放冷，用水定容至刻度，摇匀，以3000r/min离心5min，取上清液即得。

1.5 标准曲线的绘制：精密吸取对照品溶液0、1、2、3、4、5mL，分置于25mL容量瓶中，准确加水补至6mL，摇匀，再加入5%亚硝酸钠溶液1.0mL，摇匀，放置6min后，再加入10%硝酸铝溶液1.0mL，摇匀，放置6min后，加入4%氢氧化钠溶液10mL，并加水定容至刻度，混匀，放置15min后，以零管为空白对照，照紫外-可见分光光度法（通则0401），于510nm波长处测定吸光度，绘制芦丁含量（mg/mL）与吸光度的标准曲线。

1.6 样品测定：精密移取供试品溶液1.0mL，置25mL量瓶中，准确加水补至6mL，照标准曲线的制备方法，自“加入1.0mL5%亚硝酸钠溶液”起，同法操作，测定吸光度。从标准曲线上查出供试品溶液中芦丁含量，计算，即得。

1.7 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1}{M \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中总黄酮（以芦丁计）含量，g/100g；

C—依据标准曲线得出供试品溶液黄酮含量，mg/mL；

V—样品的提取总体积，mL；

M—样品称样量，g。

## 2 葛根素的测定

### 2.1 试剂

2.1.1 甲醇：优级纯。

2.1.2 无水乙醇：分析纯。

2.1.3 冰乙酸：优级纯。

2.1.4 36%的乙酸：用冰乙酸与水按9:16的比例配置。

2.1.5 纯化水。

2.1.6 葛根素标准品 纯度≥95%。

### 2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.2.2 超声波清洗器。

2.2.3 离心机：4000r/min。

### 2.3 色谱条件

2.3.1 色谱柱：ODS C<sub>18</sub>，250mm×4.6mm，5μm。

2.3.2 流动相：甲醇：36%乙酸：水=25：3：72。

2.3.3 流速：0.6mL/min。

2.3.4 检测波长：247nm。

2.3.5 进样体积：10μL。

### 2.4 实验步骤

2.4.1 试样处理：取本品，研细，取约0.2g，精密称定，置于50mL容量瓶，加70%甲醇适量，超声30min，放冷，加70%甲醇至刻度，摇匀，静置，取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤，取续滤液，作为试样溶液。

- 2.4.2 对照品溶液制备：精密称取葛根素对照品适量，加70%乙醇制成浓度为10μg/mL的对照品溶液。
- 2.4.3 色谱分析：在给定的仪器条件下进行标准溶液和试样溶液进行液相色谱分析，以保留时间定性，以峰面积定量。
- 2.5 结果计算

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

式中：

- X—试样中葛根素的含量，g/100g；  
 A<sub>1</sub>—供试品溶液峰面积；  
 A<sub>2</sub>—对照品溶液峰面积；  
 C—葛根素对照品的浓度，μg/mL；  
 V—试样定容体积，mL；  
 M—试样质量，g。

**【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】**

- 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 枳椇子：应符合《卫生部药品标准中药材第一册》（1992年版）的规定。
- 余甘子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 姜黄素：应符合GB 1886.76《食品安全国家标准 食品添加剂 姜黄素》的规定。
- D-甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。
- 薄膜包衣剂（羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀、亮蓝铝色淀、滑石粉）

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、三乙酸甘油酯、二氧化钛、胭脂红铝色淀、柠檬黄铝色淀、亮蓝铝色淀、滑石粉
制法	经过筛、混合、检测、分装等主要工艺制成
感官要求	颜色均一的绿色粉末或颗粒，无杂质
粒度（80目筛网残留物），%	≤2
颜色	△E不应大于3.00或目视无颜色上的可辨差异
炽灼残渣，%	33.91~45.87
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

- 羟丙甲纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 交联聚维酮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。
- 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

---