

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100327

佰福堂牌菊花决明子片

【原料】 菊花、枸杞子、决明子、珍珠粉

【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（菊花、决明子：分别10、8、8倍量水煎煮提取3次，每次1.5h；枸杞子：分别8、6、6倍量水煎煮提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、混合、干燥（≤70℃，-0.07Mpa）、粉碎、过筛、制粒、压片、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塑料瓶应符合YBB00172002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	棕色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味及气味，无异味
性状	片剂，完整光洁
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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
总蒽醌， mg/g	1.4～3.7	1 总蒽醌的测定
水分， g/100g	≤9	GB 5009.3

灰分, g/100g	≤15	GB 5009. 4
崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅(以Pb计), mg/kg	≤0. 5	GB 5009. 12
总砷(以As计), mg/kg	≤0. 3	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 原理：样品经提取分离后，利用羟基蒽酮衍生物与碱液生成红色进行比色。

1.2 试剂

1.2.1 对照品溶液的制备：精密称取1，8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰醋酸溶解并稀释至50mL。

1.2.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。

1.2.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。

1.3 仪器

1.3.1 722分光光度计

1.3.2 水浴锅

1.4 测定：精密称取100mg样品置于100mL烧瓶中，加混合酸24mL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，继续洗涤残渣2次，每次5mL，残渣再加混合酸16mL，在沸水浴中回流15min，放冷用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣2次，每次5mL，合并乙醚液，用水30mL、20mL振摇洗涤2次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50mL、20mL、20mL提取3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50mL置于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%氨溶液到原来的定量，混匀。同时精密称取对照溶液2.0mL，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释到刻度，混匀，于暗处放置30min，以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定吸光度值。

1.5 计算

$$X= \frac{E_1}{W \times 10 \times E} \times 100$$

式中：

X-总蒽醌的含量，%；

E₁-样品的吸光度

E-对照溶液的吸光度

W-样品重量，g。

【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, CFU/g	≤25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	≤25	GB 4789.15
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
志贺氏菌	≤0/25g	GB 4789.5
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10
溶血性链球菌	≤0/25g	GB 4789.11

【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），g/100g	≥1.6	1 粗多糖的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/g	≥1.2	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 主要仪器

1.1.1 分光光度计

1.1.2 离心机(3000r/min)

1.1.3 旋转混匀器

1.2 试剂：除特殊注明外，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(80%)：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 铜储备溶液：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。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜储备溶液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(10%)：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1个月。

1.2.8 葡聚糖标准储备液：准确称取相对分子量 5×10^5 、已干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖0.10mg。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的样品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，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合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，混匀后，供沉淀葡聚糖。

1.3.3 沉淀葡聚糖：准确吸取上述终溶液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，于沸水浴中煮沸2min，冷却，以3000r/min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，反复操作3次，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。

1.3.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL(相当于葡聚糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、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。

1.3.5 样品测定：准确吸取样品测定液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，冷却至室温，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含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.3.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖的含量（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的质量，mg；

m_3 —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 —测定用样品测定液体积，mL。

2 总黄酮的测定

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】 重量差异指标应符合《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】

1. 菊花、枸杞子、决明子、珍珠粉、玉米淀粉、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
-