

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20220040

## 三联牌灵芝沙棘片

【原料】 山药、茯苓、金银花、灵芝、沙棘、余甘子、五味子

【辅料】 微晶纤维素、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁、包衣粉（羟丙甲纤维素、聚乙二醇、滑石粉、胭脂红铝色淀、红氧化铁）

【生产工艺】 本品经提取（山药、茯苓、金银花、灵芝、沙棘、余甘子、五味子，10倍量水煎煮提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度150~160℃，出风温度80~90℃）、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    | 包衣呈铁红色，片芯呈棕色至棕褐色 |
| 滋味、气味 | 具有本品特有的滋味、气味，无异味 |
| 状态    | 片剂，完整光洁          |
| 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      | ≤12.0 | 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 | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕, mg/kg | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |
| 胭脂红, g/kg  | ≤0.3 | GB 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），mg/100g | ≥170 | 1 总黄酮的测定 |
| 粗多糖（以葡萄糖计），g/100g | ≥1.7 | 2 粗多糖的测定 |

# 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 粗多糖的测定

### 2.1 仪器

2.1.1 离心机：4000r/min。

2.1.2 离心管：50mL。

2.1.3 分光光度计。

2.1.4 水浴锅。

2.1.5 漩涡混合器。

### 2.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

2.2.1 无水乙醇。

2.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

2.2.3 葡萄糖标准溶液：准确称取干燥恒重的分析葡萄糖0.5000g加水溶解，并定容至50mL，此溶液1mL含10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

2.2.4 5%苯酚溶液（W/V）：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并稀释至100mL，混匀。溶液置于冰箱中可保存一个月。

2.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

2.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

### 2.3 测定步骤

2.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴中加热1h，冷却至室温后补加水至刻度（ $V_1$ ）。取50mL上述提取液置于100mL具塞锥形瓶中，加1mL10%淀粉酶液和0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液，加塞，置55℃~60℃酶解1h，再加约为样品体积1%的葡萄糖苷酶于60℃以下再水解1h候取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸腾做灭酶处理，冷却至室温，定容至100mL，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

2.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（ $V_2$ ），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，与4℃冰箱静置4h以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（ $V_3$ ）（根据糖浓度而定），供测定用。

2.3.3 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡萄糖0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在漩涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在漩涡混合器上小心混匀，置沸水浴中2min，冷却至室温，用分光光度计在485nm波长处以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.3.4 样品测定：准确吸取样品测定液适量（ $V_4$ ）（含糖0.02~0.08mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按2.3.3法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

### 2.4 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量，mg/100g（mL）；

$m_1$ —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

$m_2$ —样品质量，g或mL；

$V_1$ —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；

$V_4$ —测定用样品液体积，mL；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

【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】

- 1. 山药、茯苓、金银花、灵芝、沙棘、余甘子、五味子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 2. 微晶纤维素、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3. 包衣粉（羟丙甲纤维素、聚乙二醇、滑石粉、胭脂红铝色淀、红氧化铁）

| 项 目             | 指 标                         |
|-----------------|-----------------------------|
| 来源              | 羟丙甲纤维素、聚乙二醇、滑石粉、胭脂红铝色淀、红氧化铁 |
| 制法              | 经过筛、混合、包装等主要工艺制成            |
| 感官要求            | 颜色均一的铁红色颗粒或粉末，无杂质           |
| 粒度              | 不能通过五号筛的量不得过5%              |
| 炽灼残渣，%          | 85~115                      |
| 重金属（以Pb计），mg/kg | ≤20                         |
| 水分，%            | ≤9.0                        |
| 菌落总数，CFU/g      | ≤30000                      |
| 霉菌和酵母，CFU/g     | ≤50                         |
| 大肠菌群，MPN/g      | ≤0.92                       |

