

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220113

三联牌灵芝百合片

【原料】 山药、蒲公英、百合、金银花、灵芝

【辅料】 乳糖、微晶纤维素、羧甲淀粉钠、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）、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（山药、蒲公英、百合、金银花、灵芝，10倍量水回流提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度130~140℃，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
性状	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，%	≤13.0	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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥4.0	1 粗多糖的测定
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥178	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 离心机：4000r/min。
- 1.1.2 离心管：50mL。
- 1.1.3 分光光度计。
- 1.1.4 水浴锅。
- 1.1.5 漩涡混合器。

1.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

- 1.2.1 无水乙醇。
- 1.2.2 80%（V/V）乙醇溶液。
- 1.2.3 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）。
- 1.2.4 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。
- 1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。
- 1.2.6 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。

1.3 测定步骤

- 1.3.1 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（V₁）。取50mL上述提取液置于100mL具塞锥形瓶中，加1mL10%淀粉酶液和0.5mL 0.2M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。
- 1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（V₂），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。

1.3.3 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，在旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在旋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。

1.4 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1.3.3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。

1.5 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。

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，置于蒸发皿中，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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 山药、蒲公英、百合、金银花、灵芝：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 乳糖：应符合GB 25595《食品安全国家标准 乳糖》的规定。
3. 微晶纤维素、羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 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
组成	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%
灼烧残渣，%	85.0~115.0（理论值为25.2）
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
水分，%	≤6.0
菌落总数，CFU/g	≤30000
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。