

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200128

健白[®]何首乌当归丸

【原料】 当归、何首乌、山茱萸提取物、补骨脂提取物

【辅料】 淀粉、羧甲淀粉钠

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、压丸、干燥、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5KGy）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	棕色至深棕色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有滋味、气味，无异味
性状	丸剂，圆整均匀
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.01~0.03	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤20.0	GB 5009.4

溶散时限, 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 仪器

1.1.1 分析天平（感量0.00001g）。

1.1.2 分光光度计。

1.1.3 水浴锅。

1.1.4 刻度吸管。

1.2 试剂

1.2.1 对照品：1,8-二羟基蒽醌（购自中国食品药品检定研究院）。

1.2.2 5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液：10%氢氧化钠溶液与4%氢氧化铵溶液等量混合。

1.2.3 标准品溶液：精密称取12.5mg 1,8-二羟基蒽醌对照品，置于100mL容量瓶中，用乙醚溶解并稀释至刻度，摇匀，备用（0.125mg/mL）。

1.2.4 氯仿。

1.2.5 乙醚。

1.2.6 5N硫酸。

1.2.7 蒸馏水。

1.3 标准曲线的绘制：精密量取上述标准溶液1、2、3、4、5mL，分别至于25mL容量瓶中，在水浴上挥净乙醚，放凉，分别加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液至刻度，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照，在520nm下，以1cm比色杯测定吸光度，用回归法求标准曲线方程。

1.4 供试品溶液的制备及总蒽醌含量的测定：本品精密称定供试品0.5~3g，于250mL烧瓶中，加5N硫酸45mL，水浴加热水解2h，加入氯仿40mL，萃取3次（40mL，30mL，30mL），萃取液用蒸馏水洗涤2次（20mL，20mL），再用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液振摇萃取4次（30mL，20mL，20mL，20mL），合并萃取液，用氯仿洗涤数次至氯仿层无色，弃去氯仿层，用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液定容至100mL，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液为空白对照，在520nm下，以1cm比色杯测定吸光度，由线性方程计算即得供试品溶液的浓度（C₁）。

1.5 结果计算

$$X = \frac{C_1 \times 100}{M} \times 100$$

式中：

X—100g分析样品中含蒽醌量，mg；

C₁—由回归方程计算所得容量瓶中蒽醌的浓度，mg/mL；

M—所用分析样品的重量，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	≤ 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	$\leq 0/25g$	GB 4789.10
沙门氏菌	$\leq 0/25g$	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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥ 0.2	1 粗多糖的测定
阿魏酸，mg/100g	≥ 25	《中华人民共和国药典》

1 粗多糖的测定

1.1 原理：多糖经乙醇沉淀分离后，去除其他可溶性糖及杂质的干扰，再与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物，其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比，在485nm波长下比色定量。

1.2 仪器

1.2.1 离心机：4000r/min。

1.2.2 离心管：50mL或具塞15mL。

1.2.3 分光光度计。

1.2.4 水浴锅。

1.2.5 旋涡混合器。

1.3 试剂

实验用水为双蒸水；所用试剂为分析纯级。

1.3.1 无水乙醇。

1.3.2 80%（V/V）乙醇溶液。

1.3.3 葡萄糖标准储备液：准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g，加水溶解并定容至50mL，此溶液1mL含葡萄糖10mg，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.3.4 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。溶液置冰箱中可保存1个月。

1.3.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.3.6 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。

1.4 样品处理

1.4.1 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，置沸水浴中加热15min，冷却至室温后补加水至刻度（V₁），混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：准确吸取续滤液（或液体样品）5.0mL（V₂），置于50mL离心管中（或2.0mL于15mL具塞离心管中），加入无水乙醇20mL（或8mL），混匀，于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）乙醇溶液数毫升洗涤，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（V₃）（根据糖浓度而定）。

- 1.5 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、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，于旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，于旋涡混合器上小心混匀，置沸水浴中2min，冷却至室温，用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。
- 1.6 样品测定：准确吸取上液适量（ V_4 ）（含糖0.02~0.08mg），置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.5项标准曲线的绘制规定的方法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。
- 1.7 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（以葡萄糖计），mg/100mL；
 - 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 —样品提取液中总体积，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“丸剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 当归：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 何首乌：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 山茱萸提取物

项 目	指 标
来源	山茱萸科植物山茱萸 <i>Cornus officinalis Sieb. et Zucc.</i> 的干燥成熟果肉 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（9倍量水100℃提取3次，每次1h）、浓缩、真空干燥（0.06~0.08Mpa，60~70℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成
提取率，%	约25
感官要求	深褐色粉末，具本品特有滋、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
多糖，%	≥10
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
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
农药残留，ppm	≤2.0
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

4. 补骨脂提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物补骨脂 <i>Psoralea corylifolia</i> L. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	回流提取（6倍量80%乙醇80℃提取2次，每次1 h）、浓缩、真空干燥（0.06~0.08Mpa，60~70℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成
提取率，%	约10
感官要求	棕色粉末，具本品特有滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
补骨脂素，%	≥0.2
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤10.0
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
农药残留，ppm	≤2.0
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

5. 淀粉：应符合《中华人民共和国药典》中“玉米淀粉”的规定。

6. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
