

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20080667

滇岭牌余甘子决明子胶囊

- 【原料】 余甘子、决明子、火麻仁、百合、绞股蓝
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经粉碎、提取（余甘子，榨汁；决明子，加8倍量70%食用乙醇75～80℃提取2次，每次1h；绞股蓝，加6倍量水90～96℃提取3次，分别2h、1h、1h）、浓缩、喷雾干燥（余甘子，进风温度180～220℃，出风温度90～100℃；绞股蓝，进风温度180～220℃、出风温度90～100℃）、混合、装囊、辐照灭菌（⁶⁰Co，4kGy）、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】 塑料瓶应符合GB 4806.7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	内容物呈褐色
滋味、气味	微苦，有淡淡清香味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，内容物为均匀粉末状
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
鞣质，g/100g	≥4.8	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤8.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.01	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.02	GB/T 5009.19

【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	≤0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	≤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
总蒽醌（以1, 8-二羟基蒽醌计）, mg/100g	30~200	1 总蒽醌的测定
总皂苷（以绞股蓝皂苷计）, g/100g	≥3.4	2 总皂苷的测定

1 总蒽醌的测定

1 原理：蒽醌类化合物在天然药物中以游离状态与苷的形式混合存在，游离态的约占总蒽醌的 1/10 ~ 1/3，结合态常见的葡萄糖苷。结合蒽醌的两相水解溶剂为硫酸氯仿，游离总蒽醌有氢氧化钠、氨水混合碱萃取，测定波长为510nm. 蒽醌类成分在碱性溶液中能显红色反应，在 500nm~ 510nm波长处有吸收峰，在一定浓度范围内符合朗伯—比尔定律，含量多少在一定范围内与吸光度成正比。

1.2 仪器

1.2.1 分析天平。

1.2.2 分光光度计。

1.2.3 水浴锅。

1.3 试剂

1.3.1 1, 8-二羟基蒽醌（AR）。

1.4 实验步骤

1.4.1 供试液的制备：取5粒胶囊内容物置烧杯中，加入沸水150 mL，加盖浸泡15min，过滤，再加入沸水150mL，加盖浸泡15min，过滤，滤渣加少量水洗涤，洗液并入滤液中，加水定量至350mL，摇匀。精密

吸取10mL于索氏提取器中，加0.5mol/L硫酸5mL，加热回流水解2h，放冷移至分液漏斗中，加氯仿提取4次，每次15mL，合并氯仿液，加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合液提取4次，每次10mL，碱液用湿润滤纸滤入50mL量瓶中，用混合碱液洗涤滤器，洗液合并入滤液中，加混合碱液至刻度，为供试品溶液。

1.4.2 对照液的制备：精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品（105℃干燥至恒重）90.0mg置250mL量瓶中，加甲醇至刻度，振摇溶解使成360μg/mL，精密吸取标准液1.0 mL于50mL量瓶中，在水浴上蒸干，加混合碱液溶解并稀释至刻度，放置1h，为对照品溶液。分别取供试液和对照品溶液，用混合碱液作空白，在500nm~550nm波长处扫描，二液在510 nm处均有吸收峰。

1.4.3 标准曲线的制备：精密吸取上述标准溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL，分别置50mL量瓶中，在水浴上蒸干，加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液溶解并稀释至刻度，放置1h，以混合碱液为空白，在510nm波长处测定吸光度，以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标制作标准曲线。按回归方程计算试样中总蒽醌含量。

2 总皂苷的测定

2.1 原理：样品中的皂苷，经甲醇提取，大孔树脂及氧化铝柱分离纯化后，在酸性条件下，与香草醛反应生成紫红色化合物，与标准比较定量。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 恒温水浴锅。

2.2.3 微量注射器。

2.2.4 10mL注射器，带活塞的层析柱（1.5mm×15cm）。

2.2.5 101大孔吸附树脂。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇（分析纯）。

2.3.2 乙醚（分析纯）。

2.3.3 乙醇（分析纯）。

2.3.4 5%香草醛-冰醋酸溶液（冷藏）。

2.3.5 高氯酸（分析纯）。

2.3.6 5%香草醛冰醋酸溶液+高氯酸（2+8）混合液（临用前配制）。

2.3.7 绞股蓝皂苷对照品（含量98%）。

2.3.8 中性氧化铝（柱层析用，100~200目）。

2.3.9 绞股蓝皂苷对照品溶液：准确称取绞股蓝皂苷对照品100mg，用甲醇溶解并定容至50mL，即每1mL含绞股蓝皂苷2.0mg。

2.4 测定步骤

2.4.1 样品处理：胶囊内容物研细，准确称取研细的样品0.50g于三角瓶中，加甲醇30mL置于60℃水浴中回流4h，过滤。残渣用少量甲醇洗2~3次，提取液回收甲醇，残渣加水20mL溶解，转入分液漏斗中，加乙醚20mL萃取2次合并乙醚液，加少量水提取一次，弃乙醚液。水液并入原样液中。水液定容至25mL。吸取2.5mL样品处理液过101大孔吸附树脂柱（装大孔吸附树脂于10mL注射器中约4cm高，上加1cm中性氧化铝），用水30mL洗柱，弃水液，用50%甲醇洗脱，收集洗脱液约60~80mL于60℃水浴上挥干，加甲醇溶解残渣，并定容至2mL，供检。

2.4.2 皂苷标准曲线的绘制：分别取标准溶液5、10、20、40、60、80、100μL于10mL具塞比色管中（相当于标准品10、20、40、80、120、160、200μg），于60℃水浴中挥干溶剂，各加入1mL 5%香草醛冰醋酸+

高氯酸混合液（2+8），摇匀，密塞，置60℃水浴中加热15min，取出，流水冷却至室温。各加冰醋酸5mL混匀，在555nm处测定吸光度值，绘制标准曲线。总皂苷浓度在1~200mg/mL之间与吸光度值呈直线关系。

2.4.3 样品测定：取样品处理液40~60μL于10mL具塞比色管中，同上述标准曲线绘制方法操作，测定吸光度。查标准曲线，计算含量。

2.4.4 结果计算

$$X = \frac{m_1}{m \times (V_1/V_2) \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中：

X—样品中皂苷的含量（以绞股蓝皂苷计），g/100g；

m_1 —样品管相当于皂苷的含量，μg；

m—样品质量，g；

v_1 —样品稀释的总体积，mL；

v_2 —测定时取样液的体积，mL。

【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“胶囊剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 余甘子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 2. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 3. 火麻仁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 4. 百合：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 5. 绞股蓝：应符合《广西中药材标准》的规定。
-