

附2

国家市场监督管理总局 保健食品产品技术要求

国食健注G20090268

声宝牌胖大海野菊花颗粒

【原料】 茯苓粉、玄参、乌梅、野菊花、桔梗、胖大海、薄荷脑

【辅料】 蔗糖、糊精

【生产工艺】 本品经提取（玄参、乌梅、野菊花、桔梗加水煎煮2次，第一次10倍量水2h，第二次8倍量水1.5h；胖大海加45倍量水80℃浸泡12h）、过滤、浓缩、真空干燥（50℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，6kGy）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】 药用复合膜、袋应符合YBB00132002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	黄棕色，色泽均匀
滋味、气味	味甜，具本品特有的清香
性状	黄棕色的颗粒，干燥、无结块
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
水分，%	≤6.0	GB 5009.3
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
粒度，%	不能通过一号筛与能通过五号筛的总和不得超过15%	《中华人民共和国药典》
溶化性	符合规定	1 溶化性的测定

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 溶化性的测定: 取本品10g, 加热水200mL, 搅拌5min, 立即观察, 颗粒应能全部溶散, 不得有焦屑, 放置后有粉末状沉淀。

【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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.20	1 总皂苷的测定
粗多糖(以葡聚糖计), g/100g	≥0.60	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U. S. A.。

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸: 分析纯。

1.1.8 冰乙酸: 分析纯。

1.1.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理: 称取10g左右的试样(根据试样含人参量定), 置于100mL容量瓶中, 加少量水, 超声3

0min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.2 柱层析: 用10mL注射器作层析管, 内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂, 上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱, 弃去洗脱液, 再用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入1.0mL已处理好的试样溶液(见1.3.1), 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷, 收集洗脱液于蒸发皿中, 置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

1.3.3 显色: 在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加0.8mL高氯酸, 混匀后移入5mL带塞刻度离心管中, 60℃水浴上加热10min, 取出, 冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸5.0mL, 摇匀后, 以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

1.3.4 标准管: 吸取人参皂苷Re标准溶液(2.0mg/mL)100μL放蒸发皿中, 放在水浴挥干(低于60℃), 或热风吹干(勿使过热), 以下操作从“1.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算:

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中:

X—试样中总皂苷含量(以人参皂苷Re计), g/100g;

A_1 —被测液的吸光度值;

A_2 —标准液的吸光度值;

C—标准管人参皂苷Re的量, μg;

V—试样稀释体积, mL;

m—试样质量, g。

计算结果保留二位有效数字。

2 粗多糖的测定

2.1 试剂

除特殊注明外, 均为分析纯; 所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.1.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

2.1.2 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。

2.1.3 铜储备液: 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。

2.1.4 铜试剂溶液: 取铜储备液50mL, 加水50mL, 混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临床新配。

2.1.5 洗涤剂: 取水50mL, 加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液, 混匀。

2.1.6 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。

2.1.7 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一个月。

2.1.8 葡聚糖标准储备溶液: 精密称取分子量 5×10^5 、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g, 用水溶解并定容至50mL, 混匀, 置冰箱中保存。此溶液每mL含葡聚糖10.0mg。

2.1.9 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。此溶液每mL含葡聚糖0.10mg。

2.2 仪器

2.2.1 分光光度计。

2.2.2 离心机。

2.2.3 旋转混匀器。

2.3 标准曲线的制备: 精密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、0.010、0.020、0.040、0.060、0.080、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比色杯测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.4 样品处理

2.4.1 样品提取: 准确取混合均匀的样品2.0g, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL左右, 于沸水浴上加热2h, 冷却至室温后加水至刻度, 混匀, 过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液供沉淀粗多糖。

2.4.2 沉淀粗多糖：精密取1.4.1项续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加水无水乙醇20mL，混合5min后，以3000r/min离心5min，充去上清液。残渣用80%(v/v)乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3~4次操作。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后，供沉淀葡聚糖。

2.4.3 沉淀葡聚糖：精密取1.4.2项沉淀粗多糖终溶液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，冷却后以3000r/min离心5min，弃上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，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。

2.4.4 样品测定：精密吸取样品测定液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后，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质量，计算样品粗多糖含量。同时作样品空白试验。

2.5 结果计算：

$$X = \frac{(w_1 - w_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计)，mg/mL；

M—样品量，g；

W_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W_2 —样品空白液中葡聚糖质量，mg；

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 —测定用样品测定溶液体积，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”项下颗粒剂的规定。

【原辅料质量要求】

1. 茯苓粉、玄参、乌梅、野菊花、桔梗、胖大海、薄荷脑、蔗糖、糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
