

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G20120301

华信牌黄精片

【原料】 黄精

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（10倍量水回流提取3次，每次60min）、浓缩、混合、制粒、压片、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	淡黄色至棕黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
状态	片剂，外观完整光洁，无正常视力可见的外来异物

【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，%	≤2.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB 5009.12
总砷（以As计），mg/kg	≤0.3	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

【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	≤1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.4	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
粗多糖（以无水葡萄糖计），m g/100g	≥70	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），m g/100g	≥70	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

所有试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

1.1.1 95%乙醇。

1.1.2 80%乙醇溶液：量取842mL 95%乙醇于1000mL容量瓶中，用水定容。

1.1.3 2.5mol/L氢氧化钠溶液：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。

1.1.4 铜贮存液：称取3.0g硫酸铜、30.0g柠檬酸钠，加水溶解至1L。溶液可贮存2周。

1.1.5 铜应用溶液：取铜贮存液50mL，加水50mL，混匀后加入无水硫酸钠12.5g，临用新配。

1.1.6 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜应用溶液、10mL2.5mol/L氢氧化钠溶液，混匀。

1.1.7 1.8mol/L硫酸溶液：取硫酸100mL，加水稀释至1000mL。

1.1.8 5%苯酚溶液：称取5.0g苯酚，加水溶解并稀释至100mL，混匀。

1.1.9 葡萄糖标准溶液：精密称取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品5mg，置50mL容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀（葡萄糖浓度为0.1mg/mL）。

1.2 仪器

1.2.1 恒温烘箱（105℃）。

1.2.2 超声清洗器。

1.2.3 恒温水浴锅。

1.2.4 离心机。

1.2.5 紫外分光光度计。

1.3 样品处理

1.3.1 样品提取：取样品10片，研细，取2.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加80%乙醇50mL，超声提取30min，滤过，滤纸、滤渣加80%乙醇洗涤2次，每次15mL，洗液并入滤液，留存备用。滤纸、滤渣移入同一具塞锥形瓶中，加水50mL，置水浴中加热提取1h，趁热滤过，滤纸、滤渣加热水洗涤2次，每次15mL，洗液并入滤液，移入100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

1.3.2 沉淀粗多糖：精密吸取1.3.1项溶液10mL，置水浴上浓缩至2mL，移入离心管中，加入2.5mol/L氢氧化钠溶液2.0mL，铜应用溶液2.0mL，置水浴中加热2min，放冷，以3000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用洗涤液5mL洗涤，弃去洗涤液，残渣备用。

1.3.3 测定粗多糖：1.3.2项残渣用1.8mol/L硫酸溶液2.0mL超声处理5min，移入10mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。精密吸取上述溶液2.0mL，置10mL具塞试管中，精密加入5%苯酚溶液1mL，摇匀，迅速精密

加入硫酸5mL，摇匀，放置10min，置40℃水浴中保温15min，取出后迅速冷却至室温，显色。从标准曲线上查得相应含量，计算样品中粗多糖含量。

1.4 标准曲线的制备：精密吸取葡萄糖标准溶液0.1、0.3、0.6、0.9、1.2mL，分别置10mL具塞试管中，分别加水至2.0mL，各精密加入5%苯酚溶液1mL，摇匀，迅速精密加入硫酸5mL，摇匀，放置10min，置40℃水浴中保温15min，取出后迅速冷却至室温，以相应的试剂为空白，在483nm波长处测定吸光度值，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.5 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 0.1}{V_2 \times V_4 \times m}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），g/100g；

V₁—样品提取时定容体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖时取液量，mL；

V₃—测定粗多糖时定容体积，mL；

V₄—测定粗多糖时取液量，mL；

C—从标准曲线上查得的样品测定管中粗多糖含量，mg

m—样品质量，g；

0.1—将mg/g换算成g/100g的系数。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

所有试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

2.1.1 5%香草醛-冰醋酸溶液：称取5.0g香草醛，加冰醋酸溶解并稀释至100mL，混匀，临用新配。

2.1.2 人参皂苷Re标准溶液：精密称取人参皂苷Re对照品8mg，置25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀（人参皂苷Re浓度为0.32mg/mL）。

2.2 仪器

2.2.1 超声清洗器。

2.2.2 恒温水浴锅。

2.2.3 可见紫外分光光度计。

2.3 样品处理：取1.3.1项下留存备用的80%乙醇提取液，置水浴上蒸干，残渣加1%氢氧化钠溶液20mL使溶解，移入分液漏斗，加水饱和的正丁醇提取3次，每次15mL，合并正丁醇液，加正丁醇饱和的水洗涤2次，每次15mL，正丁醇液置水浴上蒸干，残渣加甲醇5mL使溶解并定量移入5mL容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀。

2.4 标准曲线的制备：精密吸取人参皂苷Re标准溶液0.1、0.3、0.5、0.7、0.9mL，分别置10mL具塞试管中，置水浴中挥去甲醇，加5%香草醛-冰醋酸溶液0.2mL、高氯酸0.8mL，摇匀，置60℃水浴中加热15min，立即置冰水浴中冷却，加入冰醋酸5.0mL，摇匀，以相应的试剂为空白，在529nm波长处测定吸光度值，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

2.5 测定：精密吸取样品处理液0.2mL，置10mL具塞刻度试管中，置水浴中挥去甲醇，加5%香草醛-冰醋酸溶液0.2mL、高氯酸0.8mL，摇匀，置60℃水浴中加热15min，立即置冰水浴中冷却，加入冰醋酸5.0mL，摇匀，显色。从标准曲线上查得相应含量，计算样品中总皂苷含量。

2.6 结果计算

$$X = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 0.1}{V_2 \times m}$$

式中：

X—样品中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

V₁—样品提取时定容体积，mL；

V₂—测定总皂苷时取液量，mL；

V₃—测定总皂苷时定容体积，mL；

C—从标准曲线上查得的样品测定管中总皂苷含量，mg

m—样品质量，g；

0.1—将mg/g换算成g/100g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. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。