

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220074

寓意草牌丹参三七西洋参胶囊

【原料】 西洋参粉（经辐照）、三七粉（经辐照）、酸枣仁提取物、丹参提取物、当归提取物

【辅料】 预胶化淀粉

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、装囊、包装主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】

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	内容物呈黄色至棕黄色
滋味、气味	具有中药材的混合气味
性状	硬胶囊，整洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象，内容物为颗粒
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

西洋参薄层鉴别：按《中华人民共和国药典》一部“西洋参”项下鉴别方法操作，应符合规定。

【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
酸枣仁皂苷A, mg/100g	≥10	《中华人民共和国药典》中“酸枣仁”项下“含量测定”规定的方法
崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
水分, %	≤9	GB 5009.3
灰分, %	≤6	GB 5009.4
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

【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
粗多糖(以葡萄糖计), mg/100g	≥100	1 粗多糖的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.4	2 总皂苷的测定

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10mg葡萄糖，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68.5 mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.4 测定步骤

- 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，于沸水浴

中加热15min, 冷却至室温后补加水至刻度 (V_1), 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀粗多糖。

添加了淀粉的样品应做相应的处理。取50mL样品提取液置于100mL具塞锥形瓶中, 冷却至60℃以下, 加1mL 10%淀粉酶液 (Sigma公司的液体淀粉酶可直接加0.1~0.2mL) 和0.5mL 0.2mol/L的磷酸盐缓冲液, 加塞, 置55℃~60℃酶解1h, 再加适量的糖化酶 (约为样液体积的1%), 于60℃以下再水解60min后取出 (用碘液检测是否水解完全, 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 (灭酶), 冷却, 定容, 过滤, 取续滤液沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上滤液 (或液体样品) 5.0mL (V_2), 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 (V_3) (根据糖浓度而定)。

1.4.3 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, 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。

1.4.4 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1.4.3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。

2 总皂苷的测定

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇: 分析纯。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100-200目。

2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国药品生物制品检定所。

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

2.1.7 高氯酸: 分析纯。

2.1.8 冰乙酸: 分析纯。

2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计。

2.2.2 层析柱。

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理: 称取1.000g左右的试样 (根据试样含人参量定), 置于100 mL容量瓶中, 加少量水, 超声30min, 再用水定容至100mL, 摇匀, 放置, 吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.3.2 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

2.3.1)，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。以此作显示用。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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；
- A₁—被测液的吸光度值；
- A₂—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。

【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. 西洋参粉（经辐照）

项 目	指 标
来源	西洋参
制法	经粉碎（80目）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5kGy）等主要工艺制成
感官要求	黄白色至淡黄色，具有本品的特殊气味，无肉眼可见外来杂质
细度	80目粉末
水分，%	≤6
总皂苷（以人参皂苷Re计），%	≥2
灰分，%	≤6
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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

2. 三七粉（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》及下表的规定

项 目	指 标
来源	三七
制法	经粉碎（80目）、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co，5kGy）等主要工艺制成
感官要求	灰白色至灰黄色，具本品特有气味，无肉眼可见外来杂质
水分，%	≤6
灰分，%	≤6

总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥5
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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
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

3. 酸枣仁提取物

项 目	指 标
来源	酸枣仁，鼠李科植物酸枣 <i>Ziziphus jujuba</i> MiL. var. <i>spinosa</i> (Bunge) HuexH. F. Chou的干燥成熟种子
制法	经前处理、提取（100℃沸水提取3次、分别10倍量2h、8倍量2h、8倍量1.5h）、过滤、浓缩、干燥（70℃）、粉碎（80目）、包装等主要工艺制成
提取率，%	12~17
感官要求	棕色至棕褐色粉末，具本品特有的气味
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
酸枣仁总皂苷，%	≥2.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	丹参，唇形科植物丹参 <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bge. 的干燥根和根茎
原料制法	经前处理、提取（3倍量95%乙醇78~83℃提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、干燥（80℃）、粉碎（80目）、包装等主要工艺制成
提取率，%	10~15
感官要求	棕红色粉末，具本品特有的气味
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
丹参酮IIA，%	≥5.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 当归提取物

项 目	指 标
来源	当归，伞形科植物当归 <i>Angelica sinensis</i> (Oliv.) Diels的干燥根
制法	经前处理、提取（10倍量100℃沸水提取2次、每次2h）、过滤、沉降（24h）、浓缩、干燥（真空度0.08~0.1MPa，70℃）、粉碎（80目）、包装等主要工艺制成
提取率，%	15~20
感官要求	棕色粉末，具本品特有的气味
粒度	80目
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
阿魏酸，%	≥0.6
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

6. 预胶化淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
