

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210211

麦旨宝牌丹参三七山楂胶囊

- 【原料】 丹参、山楂、姜黄、决明子、三七(经辐照)
- 【辅料】 糊精、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（三七，⁶⁰Co，5kGy）、提取（丹参、山楂、姜黄、决明子，浸泡30min后，10倍量60%乙醇70～80℃提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（60～70℃、-0.06～-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、装囊、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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品的特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连、变形和破裂；内容物为粉末
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，mg/100g	65～165	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤9.0	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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外,均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 混合酸溶液: 25%盐酸2mL加冰乙酸18mL。

1.1.2 混合碱溶液: 等体积10%NaOH和4%NH₃·H₂O混合。

1.1.3 氯仿。

1.1.4 1, 8-二羟基蒽醌对照品: 购自于中国食品药品检定研究院。

1.2 仪器: 分光光度计。

1.3 标准液制备: 精密称取1, 8-二羟基蒽醌对照品8mg, 置10mL容量瓶中, 加冰乙酸适量使溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。精密量取1mL于10mL容量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 摇匀, 在暗处放置30min, 即得。

1.4 标准曲线的制备: 精密量取对照品溶液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL, 分别置10mL容量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 混匀, 在暗处放置30min, 即得, 以相应溶剂为空白, 照分光光度法(《中华人民共和国药典》), 在525nm波长处立即测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 相应得mg数为横坐标绘制标准曲线。

1.5 测定方法: 取装量差异项下的本品内容物, 研细, 取约1g, 精密称定, 置100mL圆底烧瓶中, 加混合酸溶液6mL。在沸水浴中回流15min, 放冷, 加氯仿30mL, 提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中, 继续用氯仿洗涤残渣二次, 每次5mL, 残渣再加混合酸4mL, 在沸水浴中回流15min, 放冷; 用氯仿20mL提取, 并用氯仿洗涤残渣二次, 每次5mL, 合并氯仿液于分液漏斗中, 分别用水30、20mL振摇二次, 弃去水洗液; 氯仿用混合碱溶液50、20、20mL提取三次; 合并碱提取液, 置100mL容量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 摇匀, 取约50mL置100mL锥形瓶中, 称定重量, 置沸水浴中回流30min, 立即冷却至室温, 再称定重量, 用混合碱溶液补足减失的重量, 混匀, 测定吸光度, 以回归方程计算样品中总蒽醌的含量。

1.6 结果计算

$$X = \frac{A \times 10}{W} \times 100$$

式中:

X—样品中总蒽醌的含量(以1, 8-二羟基蒽醌计), mg/100g;

A—样品相当于标准系列中蒽醌的量, mg;

W—样品重, 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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
总黄酮（以芦丁计），g/100g	≥0.9	1 总黄酮的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.7	2 总皂苷的测定

1 总黄酮的测定

1.1 原理：本方法对样品中黄酮类化合物进行提取纯化后，用分光光度法于360nm波长下测定其吸光度，与芦丁标准品比较，进行待测物中总黄酮定量测定。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计。

1.2.2 恒温水浴箱。

1.2.3 真空泵等。

1.3 试剂

1.3.1 芦丁标准溶液：准确称取经105℃干燥至恒重的芦丁标准品5.0mg，加甲醇溶解并定容至100mL，配成50μg/mL的芦丁标准溶液。

1.3.2 聚酰胺粉。

1.3.3 乙醇：分析纯。

1.3.4 甲醇：分析纯。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮的含量。

1.4.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液：0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮的含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮含量（以芦丁计），mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

2 总皂苷的测定

2.1 原理：样品中总皂苷经提取、大孔吸附树脂柱预分离后，在酸性条件下，香草醛与人参皂苷生成有色化合物，以人参皂苷Re为对照品，于560nm处比色测定。

2.2 试剂

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

2.2.2 正丁醇：分析纯。

2.2.3 乙醇：分析纯。

2.2.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.2.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

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

2.2.7 高氯酸分：分析纯。

2.2.8 冰乙酸：分析纯。

2.2.9 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。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 层析柱。

2.4 实验步骤

2.4.1 试样处理：称取适量样品，置于100mL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。

2.4.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cm AmberLite-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（2.4.1），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。

2.4.3 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。

2.4.4 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℃），以下操作从“2.4.2柱层析……”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.5 结果计算

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

式中：

X—试样中总皂苷量（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。

【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. 丹参：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 山楂：应符合《中华人民共和国药典》的规定，其中展青霉素≤50μg/kg。

3. 姜黄：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 决明子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 三七（经辐照）：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
