

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G20200611

景珍堂牌三七补骨脂颗粒

【原料】 葡萄糖酸钙、杜仲提取物、补骨脂提取物、淫羊藿提取物、三七提取物

【辅料】 D-甘露糖醇、木糖醇、糊精、甜橙香精、甜菊糖苷

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、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】

药品包装用复合膜应符合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	土黄色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	颗粒剂，颗粒应干燥、均匀，无吸潮、结块、潮解等现象
杂质	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
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	全部溶化或轻微浑浊，且不得有异物，不得有焦屑	《中华人民共和国药典》

水分, %	≤6	GB 5009.3
灰分, %	≤20	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	≤0.2	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	≤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
钙(以Ca计), g/100g	4.2~6.4	GB 5009.92 “第二法 EDTA滴定法”
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.15	1 总皂苷的测定
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥0.3	2 总黄酮的测定

1 总皂苷的测定

1.1 试剂

- 1.1.1 Amberlite-XAD-2型大孔树脂: 购自Sigma-Aldrich。
- 1.1.2 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。
- 1.1.3 甲醇: 分析纯。
- 1.1.4 乙醇: 分析纯。
- 1.1.5 高氯酸: 分析纯。
- 1.1.6 冰乙酸: 分析纯。
- 1.1.7 香草醛: 分析纯。
- 1.1.8 5%香草醛冰乙酸溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。
- 1.1.9 人参皂苷Re对照品: 来源于中国食品药品检定研究院。
- 1.1.10 人参皂苷Re对照品标准溶液: 取人参皂苷Re对照品适量, 精密称定, 用甲醇溶解并稀释制成每1mL含人参皂苷Re2.0mg的溶液。

1.2 仪器

- 1.2.1 紫外-可见分光光度计。
- 1.2.2 超声波清洗器。

1.2.3 电子天平: 感量0.1mg以上。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理: 取本品内容物适量, 研细, 混匀, 取约1.0g (可根据皂苷的含量调整取样量), 精密称定, 置于100mL容量瓶中, 加适量水, 超声30分钟, 取出, 放冷, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置, 精密吸取上清液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, 精确加入上述已处理好的试样溶液1.0mL, 用25mL水洗柱, 弃去洗脱液, 用25mL70%乙醇洗脱, 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10mL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, 以空白对照为参比, 于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

1.3.4 标准管制备: 精密量取人参皂苷Re对照品溶液100μL, 置蒸发皿中, 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, 用适量水将蒸发皿中的残渣转移至层析柱中, 同法柱层析, 显色, 测定吸光度值。

1.4 计算:

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

式中:

X—样品中总皂苷含量 (以人参皂苷Re计), g/100g;

C—对照管所含人参皂苷Re的量, mg;

A₁—样品测定液吸光度;

A₂—对照品测定液的吸光度;

V—试样稀释体积, mL;

m—取样量, g。

2 总黄酮的测定

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉。

2.1.2 芦丁标准溶液: 称取芦丁约5.0mg, 加甲醇溶解并定容至100mL, 即得浓度约为50μg/mL的溶液。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理: 取本品内容物适量, 研细, 混匀, 准确称取适量, 置25mL量瓶中, 加乙醇定容至25mL (V₂), 摇匀后, 超声提取20min, 放置, 吸取上清液1.0mL (V₁), 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, 计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 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, 计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示:

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

式中:

X—试样中总黄酮的含量 (以芦丁计), g/100g;

A—由标准曲线及试样处理液定容体积算得被测液 (即试样处理终溶液, 25mL) 中总黄酮的量, μg;

V₁—测定用试样体积, mL;

V₂—试样定容总体积, mL;

M—试样称样量, 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“颗粒剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 葡萄糖酸钙：应符合GB 15571《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸钙》的规定。

2. 杜仲提取物

项 目	指 标
来源	杜仲科植物杜仲 <i>Eucommia ulmoides</i> Oliv. 的干燥树皮 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1h）、减压回收乙醇并浓缩、减压干燥（60~80℃，水分≤5%）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约16
感官要求	棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
总黄酮，g/100g	≥1
粒度（80目筛的通过率），%	≥90
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 补骨脂提取物

项 目	指 标
来源	豆科植物补骨脂 <i>Psoralea corylifolia</i> L. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1h）、减压回收乙醇并浓缩、减压干燥（60~80℃，水分≤5%）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约12
感官要求	棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
总黄酮，g/100g	≥2

粒度（80目筛的通过率），%	≥90
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

4. 淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	小檗科植物淫羊藿 <i>Epimedium brevicornum</i> Maxim.、箭叶淫羊藿 <i>Epimedium sagittatum</i> Sieb. et Zucc. Maxim.、柔毛淫羊藿 <i>Epimedium pubescens</i> Maxim.或朝鲜淫羊藿 <i>Epimedium koreanum</i> Nakai的干燥叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1h）、减压回收乙醇并浓缩、减压干燥（60~80℃，水分≤5%）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约15
感官要求	棕黄色粉末，具有本品特有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
总黄酮，g/100g	≥5
粒度（80目筛的通过率），%	≥90
水分，%	≤5
灰分，%	≤12
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

5. 三七提取物

项 目	指 标
来源	五加科植物三七 <i>Panax notoginseng</i> (Burk.) F. H. Chen的干燥根和根茎

	应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1h）、减压回收乙醇并浓缩、减压干燥（60~80℃，水分≤5%）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成
提取率，%	约14
感官要求	浅黄色至棕色粉末，具有本品特有的滋味、气味，无异味，无正常视力可见外来异物
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥10
粒度（80目筛的通过率），%	≥90
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

6. D-甘露糖醇：应符合GB 1886.177《食品安全国家标准 食品添加剂 D-甘露糖醇》的规定。

7. 木糖醇：应符合GB 1886.234《食品安全国家标准 食品添加剂 木糖醇》的规定。

8. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 甜橙香精：应符合GB 30616《食品安全国家标准 食品用香精》的规定。

10. 甜菊糖苷：应符合GB 8270《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》的规定。