

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220003

涤素[®]天麻三七片

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌粉、三七粉（经辐照）、破壁灵芝孢子粉、天麻提取物、山茱萸提取物

【辅料】 聚维酮K30、糊精、二氧化硅、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、压片、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，5kGy）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】

塑料瓶应符合GB 4806.7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	棕褐色或棕黄色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	片剂，片面光洁，边缘整齐
杂质	无肉眼可见外来异物

【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
灰分，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.2	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
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
总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g	≥40	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计），mg/100g	≥70	2 粗多糖的测定
腺苷, mg/100g	≥20	3 腺苷的测定

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1.000g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30min, 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；

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。

2 粗多糖的测定

2.1 原理：食品中相对分子质量大于10000的高分子物质在80mL/L乙醇溶液中沉淀，与水溶性单糖和低聚糖分离，用碱性二价铜试剂选择性的从其它高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖，用苯酚-硫酸反应以碳水化合物形式比色测定其含量，其显色强度与水溶性粗多糖中葡聚糖的含量成正比，以此计算食品中粗多糖含量。

2.2 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。

2.2.1 乙醇溶液(800mL/L)：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 铜试剂储备液：称取3.0gCuSO₄·5H₂O，30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释至1L，混匀备用。

2.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

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

2.2.6 硫酸溶液（100mL/L）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。

2.2.7 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月。

2.2.8 葡聚糖标准储备溶液：葡聚糖标准品购自Sigma公司，含量99.9%。精密称取分子量500000、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解，并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含10.0mg葡聚糖。

2.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液1.00mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液每毫升含葡聚糖0.10mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 离心机（3000r/min）。

2.3.3 旋转混匀器。

2.4 测定步骤

2.4.1 标准曲线制备：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、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、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，在旋涡混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋涡混匀器上小心混匀，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比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.4.2 试样处理

2.4.2.1 试样提取：称取混合均匀的固体试样2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于水浴上加热

2h, 冷却至室温后补加水至刻度, 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀多糖。

2.4.2.2 沉淀粗多糖: 精密取2.4.2.1项终滤液5.0mL或液体样品5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀5min, 以3000rpm离心5min, 弃去上清液。残渣用800mL/L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。

2.4.2.3 沉淀葡聚糖: 精密取2.4.2.2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, 沸水浴中煮沸2min, 冷却后以3000rpm离心5min, 弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤, 离心后弃去上清液, 反复3次操作, 残渣用100mL/L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。此溶液为试样测定液。

2.4.3 试样测定: 精密吸取试样测定液2.0mL置于25mL比色管中, 加入50g/L苯酚溶液1.0mL, 在旋涡混匀器上混匀后, 小心加入浓硫酸10.0mL, 于旋涡混匀器上小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温, 用分光光度计在485nm波长处, 以试剂空白为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量, 计算试样中水溶性粗多糖含量。同时做样品空白实验。

2.4.4 分析结果表述

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{M \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量(以葡聚糖计), mg/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的质量, mg;

M—样品取样量, g;

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 —测定用样品测定液体积, mL。

3 腺苷的测定

3.1 原理: 片剂试样使用乙醇-水进行提取, 根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

3.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

3.2.1 磷酸二氢钾: 分析纯。

3.2.2 无水乙醇: 优级纯。

3.2.3 甲醇: 优级纯。

3.2.4 提取液: 乙醇-水=3:2。

3.2.5 腺苷标准溶液: 准确称量腺苷标准品0.0100g, 加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

3.3 仪器

3.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器(UV)。

3.3.2 超声波清洗器。

3.3.3 离心机。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样处理: 取20片以上片剂进行粉碎混匀, 准确称取适量试样(精确至0.001g)于25mL容量瓶中, 加入约20mL提取液, 超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度, 混匀后以3000r/min离心3min。经0.45 μ m滤膜过滤后供液相色谱分析用。

3.4.2 液相色谱参考条件

3.4.2.1 色谱柱: C_{18} 柱, 4.6 \times 150mm, 5 μ m。

3.4.2.2 柱温: 室温。

3.4.2.3 紫外检测器: 检测波长254nm。

3.4.2.4 流动相: 甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

3.4.2.5 流速：1.0mL/min。

3.4.2.6 进样量：10 μ L。

3.4.3 色谱分析：取10 μ L标准溶液及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

3.5 标准曲线制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.0、60.0 μ g/mL腺苷标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

3.6 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中腺苷的含量，mg/100g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度， μ g/mL；

V—试样定容体积，mL；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

【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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉(Paecilomyces hepiali Chen&Dai)
制法	经发酵、分离、干燥(85℃)等主要工艺加工制成
感官要求	浅棕色至棕色粉末
腺苷，%	≥ 0.14
水分，%	≤ 7.0
灰分，%	≤ 8.0
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
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	$\leq 0/25g$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25g$

2. 三七粉(经辐照)

项 目	指 标
-----	-----

来源	三七 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粉碎、过筛、辐照 (^{60}Co , 6kGy) 等主要工艺加工制成
感观要求	灰黄色粉末
鉴别	呈正反应
含量, %	≥ 5.0
浸出物 (按干燥品计), %	≥ 16.0
水分, %	≥ 14
总灰分, %	≤ 6.0
酸不溶性灰分, %	≤ 3.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤ 5.0
总砷 (以As计), mg/kg	≤ 2.0
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	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

3. 破壁灵芝孢子粉

项 目	指 标
来源	灵芝 (<i>Ganoderma lucidum</i>)
制法	经去杂、破壁 (超微粉碎机, 粉碎时间30~40min)、包装等主要工艺加工制成
感观要求	棕褐色粉末
多糖, %	≥ 1
破壁率, %	≥ 98
水分, %	≤ 7
灰分, %	≤ 30
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
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	$\leq 0/25\text{g}$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$

4. 天麻提取物

项 目	指 标
来源	天麻 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取 (分别8倍量、6倍量、6倍量水煎煮提取3次, 每次2h)、浓缩、干燥 (70~80°C) 等主要工艺加工制成

提取率, %	10
感官要求	棕黄色粉末
天麻素, %	≥0.5
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤3.0
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

5. 山茱萸提取物

项 目	指 标
来源	山茱萸 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(分别8倍量、6倍量水煎煮提取2次, 每次2 h)、浓缩、干燥(70~80℃)等主要工艺加工制成
提取率, %	10
感官要求	棕黄色粉末
马钱苷, %	≥1.5
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤3.0
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

6. 聚维酮K30: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 糊精: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 二氧化硅: 应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。

9. 硬脂酸镁: 应符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。