

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G20200607

和寿堂牌西洋参人参丹参片

- 【原料】 西洋参、人参提取物、丹参提取物
- 【辅料】 薄膜包衣剂（羟丙基甲基纤维素、三乙酸甘油酯、滑石粉）、聚维酮K30、羧甲基淀粉钠、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（西洋参，⁶⁰Co，6kGy）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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】 口服固体药用聚烯烃瓶应符合YY 0057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	包衣透明，片芯呈土黄色至棕黄色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	薄膜包衣片，完整光洁，有适宜的硬度
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】

鉴别1 取本品8片，研细，加水10mL润湿，加水饱和正丁醇20mL，超声处理30min。吸取上清液加3倍量氨试液，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，残渣加甲醇1mL使溶解，作为供试品溶液。另取人参对照药材1g，同法制取对照药材溶液。再取人参皂苷Rb₁对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg₁对照品及人参皂苷Rf对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述三种溶液各1～2μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。置紫外灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相对应位置上，显相同颜色的荧光斑点。

鉴别2 取本品2片，研细，加甲醇25mL，加热回流30min，滤过，滤液蒸干，残渣加水20mL使溶解，加水饱和正丁醇振摇提取2次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用水洗涤两次，每次10mL，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇4mL使溶解，作为供试品溶液。另取西洋参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rb₁对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg₁对照品及拟人参皂苷F11对照品，加甲醇制成每1mL各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。按照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5～10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。置紫外灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相对应位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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
丹参酮Ⅱ _A , mg/100g	≥32	1 丹参酮Ⅱ _A 的测定
灰分, g/100g	≤8	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

1 丹参酮Ⅱ_A的测定

1.1 对照品溶液的制备: 取丹参酮Ⅱ_A对照品适量, 精密称定, 置棕色容量瓶中, 加甲醇制成每1mL含5μg的溶液, 即得。

1.2 供试品溶液的制备: 取本品10片, 研细, 取约0.5g, 精密称定, 置50mL棕色容量瓶中, 加甲醇约40mL, 超声处理(功率240W, 频率45kHz) 30min, 放冷, 加甲醇至刻度, 摇匀。滤过, 取续滤液, 即得。

1.3 余同《中华人民共和国药典》中“丹参”项下“含量测定”规定的方法。

【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), g/100g	≥1.5	1. 总皂苷的测定
人参皂苷Rg ₁ , g/100g	≥0.15	2. 人参皂苷Rg ₁ 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 人参皂苷Rg₁的测定

2.1 试剂

实验用水为去离子水。

2.1.1 乙腈：色谱纯，200nm吸光度值为0.021。

2.1.2 甲醇：分析纯。

2.1.3 101大孔吸附树脂。

2.1.4 高效液相色谱流动相：梯度淋洗A液为乙腈，B液为水。

2.1.5 人参皂苷Rg₁标准品：含量大于98%（HPLC）。

2.1.6 人参皂苷Rg₁标准溶液的配制：配制人参皂苷Rg₁标准储备液，浓度分别为10mg/mL；再以此储备液配制混合标准系列溶液，浓度范围为0.1~1mg/mL；所有标准溶液均用甲醇配制。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附紫外检测器。

2.2.2 超声波清洗器。

2.2.3 离心机。

2.2.4 水浴锅。

2.3 试样处理：取片剂研成粉末，并过20目筛；精确称取该粉末样0.5g于50mL具塞试管中，加水50mL于

超声波清洗器中超声提取30min, 取出, 待溶液恢复常温后, 准确取出10mL, 通过D-101大孔吸附树脂净化柱(大孔吸附树脂使用前先经甲醇浸泡, 水洗, 装成10cm长小柱), 小柱先用10mL水冲洗, 弃去水液之后, 用70%甲醇25mL洗脱皂苷, 收集甲醇溶液, 水浴上蒸干, 残渣以甲醇溶解并定容至5mL, 该样液离心后过0.5μm膜, 滤液进行色谱分析。

2.4 液相色谱参考条件

2.4.1 色谱柱: 反相C₁₈柱, 4.6×250mm, 5μm。

2.4.2 紫外检测器: 检测波长203nm。

2.4.3 梯度淋洗条件:

时间(分钟)	乙腈(%)	水(%)	流速(ML/min)	梯度曲线
0	16	84	1.0	1
20	18	82	1.0	6
55	40	60	1.0	6
65	40	60	1.0	6
75	100	0	1.0	1
80	16	84	1.0	1

2.4.4 柱温: 35℃。

2.5 标准曲线的制备: 将混合标准系列溶液均取5μL进HPLC分析, 用峰面积对浓度作人参皂苷Rg₁的标准回归曲线。

2.6 试样测定: 取5μL试样净化液进高效液相色谱分析, 以绝对保留时间定性, 用峰面积通过各皂苷的标准曲线定量计算试样中人参皂苷Rg₁的含量。

2.7 结果计算

$$X = \frac{C \times 5 \times 5 \times 100}{m \times 1000}$$

式中:

X—试样中人参皂苷Rg₁的含量, g/100g

C—试样溶液中各人参皂苷的含量, mg/mL;

m—试样质量, g。

2.8 结果表示: 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. 西洋参: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 <i>Panax ginseng</i> C. A. Mey. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(加10倍量水煎煮2次, 每次2h)、过滤、离心、浓缩、减压干燥(60℃, -0.08Mpa)、粉碎、过筛、包装等工艺制成
提取率, %	22~30
多糖, %	≥25
感官要求	棕黄色粉末
水分, %	≤5.0

灰分, %	≤10.0
重金属, mg/kg	≤10
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	丹参 <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bge. 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（加70%乙醇回流提取3次，每次2h）、过滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃，出风温度90~100℃）、过筛、包装等工艺制成
提取率, %	17~23
丹参酮IIA, %	≥0.3
感官要求	红棕色粉末
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤10.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.0
总砷（以As计）, mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 薄膜包衣剂（羟丙基甲基纤维素，三乙酸甘油酯，滑石粉）

项 目	指 标
来源	羟丙基甲基纤维素，三乙酸甘油酯，滑石粉
制法	经配料、混合、过筛、检验、包装等工艺制成
感官要求	色泽均匀的白色粉末
粒度	≥95%的粉末通过80目筛，余下粉末应通过60目筛
炽灼残渣, %	≤1.5
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 聚维酮K30：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 羧甲基淀粉钠：应符合GB 29937《食品安全国家标准 食品添加剂 羧甲基淀粉钠》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。