

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190324

苗氏牌三七马鹿血冻干粉胶囊

- 【原料】 枸杞子提取物、三七粉、马鹿茸粉、马鹿血冻干粉
- 【辅料】 无
- 【生产工艺】 本品经过筛、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塑料瓶应符合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	内容物呈泥黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为粉末状
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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
蛋白质，g/100g	≥7	GB 5009.5
水分，g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤10	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

【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
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥1.2	1 总皂苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥11.5	2 粗多糖的测定

1 总皂苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

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

1.3.1.1 固体试样：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。

1.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取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：

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

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 仪器 2.1.1 分光光度计。 2.1.2 离心机：4000r/min。 2.1.3 旋转混匀器。 2.2 试剂 除特殊注明外，本方法所用试剂均为分析纯；所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

2.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。 2.2.2 硫酸溶液（10%）：取100mL浓硫酸加入到800mL左右水中，混匀，冷却后稀释至1L。 2.2.3 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1个月。 2.2.4 葡萄糖标准储备液：准确称取已干燥至恒重的葡萄糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖10.0mg。

2.2.5 葡萄糖标准使用液：吸取葡萄糖标准储备液1.0mL，置于100mL容量瓶中，加水至刻度，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡萄糖0.10mg。 2.3 样品处理 2.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，置沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，混匀后过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀粗多糖。 2.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取2.3.1项下续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后以4000r/min离心10min，弃去上清液。残渣用80%（v/v）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至10.0mL，混匀。

2.4 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），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，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却后用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

2.5 样品测定：准确吸取样品测定液2.0mL，置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，于旋转混匀器上混匀，小心加入浓硫酸10.0mL，于旋转混匀器上小心混匀，置沸水浴中煮沸2min，冷却至室温，用分光光度计于485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白试验。

2.6 结果计算 $m_1 \times V_1 \times V_3$
 $X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4}$

式中：
X—样品中粗多糖含量（以葡萄糖计），mg/g；
m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；
m₂—样品质量，g；
V₁—样品提取液总体积，mL；
V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
V₃—粗多糖溶液体积，mL；
V₄—测定用样品液总体积，mL。

【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. 枸杞子提取物

项 目	指 标
来源	茄科植物宁夏枸杞 <i>Lycium barbarum</i> L. 的干燥成熟果实
制法	应符合《中华人民共和国药典》的规定 经提取（分别加10倍量、8倍量水煎煮提取2次，每次1h）、过滤、浓缩、减压干燥（≤70℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
提取率，%	18
感官要求	褐色粉末
粒径	80目
粗多糖，%	≥15
干燥失重，%	≤9
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

2. 三七粉

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
制法	经粉碎、过筛、辐照灭菌 (^{60}Co , 6kGy)、包装等主要工艺制成
感官要求	浅黄色粉末
粒径	80目
总皂苷 (以人参皂苷Re计), %	≥ 5.0
干燥失重, %	≤ 9
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	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

3. 马鹿茸粉

项 目	指 标
来源	马鹿 <i>Cervus elaphus</i> Linnaeus的雄鹿未骨化密生茸毛的幼角
制法	经混合 (加1倍量75%乙醇, 混合均匀, 密闭2 h)、干燥 (70℃)、粉碎、过筛、包装等主要工艺制成
感官要求	浅黄色粉末
粒径	80目
蛋白质, %	≥ 6
干燥失重, %	≤ 9
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	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

4. 马鹿血冻干粉

项 目	指 标
来源	马鹿 <i>Cervus elaphus</i> Linnaeus的血
制法	经稀释、冷冻干燥、粉碎、包装等主要工艺制成
感官要求	红褐色粉末
粒径	80目
蛋白质, %	≥ 75
干燥失重, %	≤ 9

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