

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G20110492

鼎炉牌胶原钙三七胶囊

【原料】 胶原蛋白、碳酸钙、三七提取物

【辅料】 羟丙纤维素、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经混合、干燥、粉碎、过筛、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】 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	内容物呈浅黄色
滋味、气味	具本品特有的气味及滋味，无异味
状态	胶囊整洁，无粘结、变形、囊壳破裂，内容物为颗粒和粉末，无肉眼可见外来杂质

【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
水分, g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤40	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	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
崩解时限, min	≤30	《中华人民共和国药典》
蛋白质, g/100g	≥21	GB 5009.5

【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
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), mg/100g	≥3400	1 总皂苷的测定
钙(以Ca计), mg/100g	10100.0~16900.0	GB 5009.92 “第一法 火焰原子吸收光谱法”

1 总皂苷的测定

1.1 原理：样品中总皂苷经提取、Amberlire-XAD-2-大孔吸附树脂预分离后，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。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇（分析纯）。

1.2.2 乙醇（分析纯）。

1.2.3 人参皂苷Re标准品（中国药品生物制品检定所）。

1.2.4 高氯酸（分析纯）。

1.2.5 冰乙酸（分析纯）。

1.2.6 5%香草醛溶液：称取5 g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.2.7 人参皂苷Re标准溶液：精确称取人参皂苷Re标准品20.0mg，用甲醇溶解并定容至10.0mL，即每1mL含人参皂苷Re2.0mg。

1.3 仪器设备

1.3.1 分光光度计。

1.3.2 Amberlire-XAD-2-大孔吸附树脂。

1.3.3 超声波振荡器。

1.4 实验步骤

1.4.1 试样处理：称取样品1.00g，精密称定，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热2h，冷却至室温后补加水至刻度，静置，备用。

1.4.2 柱层析：以Amberlire-XAD-2-大孔吸附树脂柱进行层析分离，上加1cm中性氧化铝，先用25mL70%乙醇洗脱，再用25mL水洗脱，弃去洗脱液，取上述样品上清液1mL上柱，用25mL水洗柱，以洗去糖分等水溶性杂质，弃去洗脱液，再用25mL70%乙醇洗脱总皂苷，收集洗脱液，并定容至50mL，取20mL于蒸发皿中，水浴上蒸干，用此作显色用。

1.4.3 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，使残渣溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入10mL比色管中，塞紧盖子于60℃以下的水浴上加温15min取出，冷却后准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后以1.0cm比色皿于560nm处与人参皂苷Re标准管同时比色。

1.4.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/ml）10 0μL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“1.4.3显色……”起，与试样相同，测定吸光度值。

1.5 结果计算

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

式中：

X——样品中总皂苷（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——样品稀释体积，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》“制剂通则”胶囊剂项下的规定。

【原辅料质量要求】

1. 三七提取物：

项 目	指 标
来源	五加科植物三七Panax notoginseng (Burk.) F. H. Chen的干燥根及根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（分别8、6倍量70%乙醇回流提取1次1.5h）、过滤、浓缩、减压干燥（≤70℃）、粉碎等主要工艺加工制成
提取率，%	10~20
感官要求	浅黄色到黄色粉末
总皂苷含量（以人参皂苷Re计），%	≥25
目数	80
干燥失重，%	≤5
铅（以Pb计），mg/g	≤0.01
溶剂残留，mg/kg	≤5000
菌落总数，CFU/g	≤1000

大肠菌群, MPN/100g	≤40
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

2. 碳酸钙、羟丙纤维素、硬脂酸镁、明胶空心胶囊：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

3. 胶原蛋白：应符合QB 2732《水解胶原蛋白》的规定。
