

## 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G20120556

## 紫金牌丹参红花软胶囊

【原料】 丹参提取物、白芍提取物、菟丝子提取物、红花提取物、葡萄籽提取物、沙棘籽油

【辅料】 蜂蜡、明胶、甘油、纯化水、棕氧化铁

【生产工艺】 本品经混合、均质、压丸、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】 口服固体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	囊皮呈棕色，内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味及气味
状态	软胶囊，外观圆整光洁；内容物为油状粘稠液体；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
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60.0	《中华人民共和国药典》
酸价，mg/g	≤5.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤0.2	GB 5009.227
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥0.55	1 总黄酮的测定
原花青素, g/100g	1.8~3.5	2 原花青素的测定

## 1 总黄酮的测定

### 1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉。

1.1.2 芦丁标准溶液:称取5.0mg芦丁,加甲醇溶解并定容至100mL,即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇:分析纯。

1.1.4 甲醇:分析纯。

1.2 试样处理:称取一定量的试样,加乙醇定容至25mL,摇匀后,超声提取20min,放置,吸取上清液1.0mL,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360nm波长处测定吸光度值。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。

1.3 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360nm波长处比色。求回归方程,计算试样中总黄酮含量。

### 1.4 结果计算

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

式中:

X—试样中总黄酮的含量(以芦丁计), g/100g;

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量, mg;

M—试样质量, g;

$V_1$ —测定用试样体积, mL;

$V_2$ —试样定容总体积, mL。

## 2 原花青素的测定

2.1 原理: 原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色, 但经过用热酸处理后, 可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

### 2.2 试剂

2.2.1 甲醇: 分析纯。

2.2.2 正丁醇: 分析纯。

2.2.3 盐酸: 分析纯。

2.2.4 硫酸铁铵 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液: 用浓度为2mol/L盐酸配成2%(w/v)的溶液。

2.2.5 原花青素标准品: 葡萄籽提取物, 纯度95%。

### 2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 回流装置。

2.4 试样的制备: 挤出20粒软胶囊内容物, 将内容物尽可能挤出, 搅拌均匀。

2.5 提取: 称取50mg试样, 置于小烧杯中, 用20mL甲醇分数次搅拌, 将原花青素洗入50mL容量瓶中, 直至甲醇提取液无色, 加甲醇至刻度, 摇匀。

2.6 标准曲线的测定: 称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中, 吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL, 置于10mL容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

2.7 试样测定: 将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后, 取出6mL置于具塞锥形瓶中, 再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液, 混匀, 置沸水浴回流。精确加热40min后立即置冰水中冷却, 在加热完毕15min后, 于546nm波长处测吸光度。由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

### 2.8 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100$$

式中:

X—试样中原花青素的含量, g/100g;

$m_1$ —反应混合物中原花青素的量,  $\mu\text{g}$ ;

v—待测样液的总体积, mL;

m—试样质量, mg。

**【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. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	唇形科植物丹参 <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bge. 的干燥根和根茎 应符合《中华人民共和国药典》的要求
	经提取(分别加入8、6、6倍量80%乙醇回流3次,

制法	每次2h)、减压浓缩(70~80℃, -0.06~-0.08Mpa)、喷雾干燥(进口温度180±5℃, 出口温度70±5℃)、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕红色粉末, 具本品特有的气味
丹参酮IIA, %	≥0.8
提取比例	约8:1
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
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	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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. 白芍提取物

项 目	指 标
来源	毛茛科植物芍药 <i>Paeonia lactiflora</i> Pall. 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取(分别加入8、6、6倍量60%乙醇回流3次, 每次2h)、减压浓缩(70~80℃, -0.06~-0.08Mpa)、喷雾干燥(进口温度180±5℃, 出口温度70±5℃)、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕黄色粉末, 具本品特有的气味
芍药苷, %	≥8
提取比例	约10:1
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
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	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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. 菟丝子提取物

项 目	指 标
-----	-----

来源	旋花科植物南方菟丝子 <i>Cuscuta australis</i> R. Br. 或菟丝子 <i>Cuscuta chinensis</i> Lam. 的干燥成熟种子应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（分别加入8、6、6倍量70%乙醇回流3次，每次2h）、减压浓缩（70~80℃，-0.06~-0.08Mpa）、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	黄棕色粉末，具本品特有的气味
糖苷，%	≥0.5
提取比例	约9:1
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 红花提取物

项 目	指 标
来源	菊科植物红花 <i>Carthamus tinctorius</i> L. 的干燥花应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经提取（分别加入8、6、6倍量60%乙醇回流3次，每次2h）、减压浓缩（70~80℃，-0.06~-0.08Mpa）、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕黄色粉末，具本品特有的气味
红花苷，%	≥1.2
提取比例	约12:1
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄科植物葡萄 <i>Vitis vinifera L.</i> 的种子 应符合食品安全国家相关标准
制法	经石油醚脱脂、提取（7倍量80%乙醇回流3次，每次1.5h）、减压浓缩（70℃，-0.08Mpa）、乙酸乙酯萃取（等体积，4次）、聚酰胺吸附（80%乙醇洗脱）、洗脱液浓缩（70~80℃，-0.06~-0.08Mpa）、喷雾干燥（进口温度180±5℃，出口温度70±5℃）、过筛、包装等主要工艺制成。
感官要求	棕黄色粉末，具本品特有的气味
提取比例	约20:1
原花青素，%	95%
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
乙酸乙酯残留，%	≤0.5
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. 沙棘籽油：应符合SL 493《沙棘籽油》的规定。

7. 蜂蜡：应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

8. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

10. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

11. 棕氧化铁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。