

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G20230135

万生堂牌马鹿胎丹参咀嚼片

【原料】 马鹿胎冻干粉、当归提取物、丹参提取物、人参提取物

【辅料】 山梨糖醇、可可粉、柠檬酸、阿斯巴甜（含苯丙氨酸）、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、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	棕色
滋味、气味	具有本品固有的滋味、气味、无异味
性状	片剂，完整光洁，具有适宜的硬度
杂质	无正常视力可见外来异物

【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
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
蛋白质，g/100g	≥4.5	GB 5009.5
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
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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥0.5	1 粗多糖的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计），g/100g	≥0.32	2 总皂苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 离心机：4000r/min。

1.1.2 离心管：50mL。

1.1.3 分光光度计。

1.1.4 水浴锅。

1.1.5 旋涡混合器。

1.2 试剂

实验用水为双蒸水，所用试剂为分析纯级。

1.2.1 无水乙醇。

1.2.2 80% (V/V) 乙醇溶液。

1.2.3 葡萄糖标准液：准确称取干燥恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解，并定容至50mL，此溶液1mL含10mg葡萄糖，用前稀释100倍为使用液（0.1mg/mL）。

1.2.4 5%苯酚溶液（W/V）：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。

1.2.5 浓硫酸（比重1.84）。

1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合。

1.3 测定步骤

1.3.1 样品提取：称取混合均匀的固体样品1.0~2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴上加热1小时，冷却至室温后补加水至刻度（V₁）。取50mL上述提取液置于100mL具塞锥形瓶中，加1mL10%淀粉酶液和0.5mL0.2M磷酸盐缓冲液，加塞，置55℃~60℃酶解1小时，再加约为样液体积1%的葡萄糖苷酶于60℃以下再水解1小时后取出（用碘液检验是否水解完全，如不完全可延长水解时间至酶解液加碘液不变蓝色为止），于电炉上小心加热至沸做灭酶处理，冷却至室温，定容至100mL，过滤，取滤液沉淀粗多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取上述滤液5.0mL（V₂），置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置4小时以上，以4000r/min离心5min，弃去上清液，残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL（V₃）（根据糖浓度而定），供测定用。

1.3.3 标准曲线的绘制：准确吸取葡萄糖标准使用液0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL（相当于葡萄糖0mg、0.01mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.10mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，加入5%苯酚溶液1.0mL，在旋涡混合器上混匀，小心加入浓硫酸10mL，在旋涡混合器上

小心混匀，置沸水浴中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。以葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.3.4 样品测定：准确吸取样品测定液适量（ V_4 ）（含糖0.02~0.08mg）置于25mL比色管中，补加水至2.0mL，然后按1.3.3法测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量，计算样品中粗多糖含量。

1.4 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量，mg/100g(mL)；

m_1 —样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m_2 —样品质量，g或mL；

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 —测定用样品液体积，mL；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

2 总皂苷的测定

2.1 检测方法依据：《保健食品检验与评价技术规范》2003年版“保健食品中总皂苷的测定”。

2.2 仪器

2.2.1 比色剂

2.2.2 层析柱

2.3 试剂

所用试剂除有特殊规定外均为分析纯及以上

2.3.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂，sigma化学公司、U. S. A.

2.3.2 正丁醇：分析纯。

2.3.3 乙醇：分析纯。

2.3.4 甲醇：分析纯。

2.3.5 中性氧化铝：层析用，100-200目。

2.3.6 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.3.7 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.3.8 高氯酸：分析纯。

2.3.9 冰乙酸：分析纯。

2.3.10 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。

2.4 实验步骤

2.4.1 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，冷却至室温，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

2.4.2 柱层析：用10mL注射器做层析管，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2.4.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，再用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。

2.4.3 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。

2.5 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴上挥干（低于60℃）或热风吹干（勿使过热），从“2.4.2柱层析”柱层析开始与试样相同，测定吸光度值。

2.6 计算公式

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

式中：

X—试样中总皂苷量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A_1 —被测液的吸光度值；

A_2 —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。

【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. 马鹿胎冻干粉

项 目	指 标
来源	马鹿胎
制法	经清洗、破碎、冻干（-40~-30℃，20-26h）、粉碎制成
感官要求	粉末状，具有本品应有的色泽，味甘，咸，略带腥气，无异味，无杂质或变质
蛋白质	≥40.0
水分，%	≤9.0
灰分，%	≤60
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	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 当归提取物

项 目	指 标
来源	当归 (<i>Angelica sinensis(Oliv.) Diels</i>)
制法	经提取（加12倍量水煎煮提取2次，每次1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度160-180℃，出风温度80-90℃）、粉碎等主要工艺加工制成
得率，%	16±3
感官要求	棕黄色粉末、特有的滋味、气味
粗多糖（以葡萄糖计），%	≥10
粒度，目	80
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
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	≤1000
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

3. 丹参提取物

项 目	指 标
来源	丹参 (<i>Salvia miltiorrhiza Bge.</i>)
制法	经提取（分别用8、6倍量70%乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度160~180℃、出风温度80~90℃）、粉碎等主要工艺加工制成
得率，%	15±3
感官要求	棕红色粉末、特有的滋味、气味
丹参酮IIA，%	≥0.5

粒度, 目	80
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
总砷 (以As计), mg/kg	≤1.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤2.0
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	≤1000
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

4. 人参提取物

项 目	指 标
来源	人参 (<i>Panax ginseng</i> C. A. Mey.)
制法	经提取 (分别用8、6倍量70%乙醇回流提取2次, 每次2h)、浓缩、喷雾干燥 (进风温度160-180℃, 出风温度80-90℃)、粉碎等主要工艺加工制成
得率, %	15±3
感官要求	棕黄色粉末、特有的滋味、气味
总皂苷, %	≥10.0
粒度, 目	80
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
总砷 (以As计), mg/kg	≤1.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤2.0
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	≤1000
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. 山梨糖醇: 应符合GB 1886.187《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨糖醇和山梨糖醇液》的规定。

6. 可可粉: 应符合GB/T 20706《可可粉》的规定。

7. 柠檬酸: 应符合GB 1886.235《食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸》的规定。

8. 阿斯巴甜 (含苯丙氨酸): 应符合GB 1886.47《食品安全国家标准 食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯 (又名阿斯巴甜)》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。