

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20070071

千金®丹参枸杞玫瑰胶囊

【原料】 丹参、当归、枸杞子、玫瑰花、山楂、葡萄籽提取物、维生素E粉（dl-α-生育酚醋酸酯、大豆油、淀粉）、维生素C（L-抗坏血酸）

【辅料】 玉米淀粉、二氧化硅

【生产工艺】 本品经提取（丹参加8倍量95%乙醇浸泡3h，回流提取30min；当归、枸杞子、玫瑰花、山楂与丹参残渣加水浸泡3h，煎煮提取2次，分别10倍量1.5h、8倍量1h）、浓缩、干燥（-0.08MPa，70℃）、粉碎、过筛、混合、制粒、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	内容物呈棕褐色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有芳香气味，味微苦，无异味
性状	硬胶囊，外观完整，内容物为颗粒
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
维生素C，g/100g	3.384~7.614	GB 5009.86
水分，g/100g	≤6.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤4.0	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
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（以葡聚糖计）, g/100g	≥1.71	1 粗多糖的测定
原花青素, g/100g	≥6.5	2 原花青素的测定
维生素E, g/100g	1.896~4.266	GB 5009.82
丹参酮IIA, mg/100g	≥87	3 丹参酮IIA的测定

1 粗多糖的测定

1.1 仪器

1.1.1 分光光度计。

1.1.2 离心机（3000r/min）。

1.1.3 旋转混匀器。

1.2 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。

1.2.1 乙醇溶液（80%）：20mL水中加入无水乙醇80mL，混匀。

1.2.2 NaOH溶液（100g/L）：称取100g氢氧化钠，加水溶解并稀释至1L，加入固体无水硫酸钠至饱和，备用。

1.2.3 铜试剂储备液：称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠，加水溶解并稀释1L，混匀，备用。

1.2.4 铜试剂溶液：取铜试剂储备液50mL，加水50mL，混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.2.5 洗涤液：取水50mL，加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液，混匀。

1.2.6 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。

1.2.7 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。

1.2.8 葡聚糖标准储备液：精密称取相对分子质量 5×10^5 、干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含10.0mg葡聚糖。

1.2.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液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含葡聚糖0.10mg。

1.3 样品处理

1.3.1 样品处理：精密称定固体样品2.0g，置于100mL容量瓶中，加水80mL左右，于沸水浴加热2h，冷却至室温后加水定容至刻度。混匀，过滤，弃去初滤液，收集续滤液供沉淀多糖。

1.3.2 沉淀粗多糖：准确吸取1.3.1项终滤液5.0mL置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复操作3~4次。残渣用水溶解并定容至5.0mL，混匀后供沉淀葡聚糖。

1.3.3 沉淀葡聚糖：精密取1.3.2项下终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用10%（V/V）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.4 标准曲线的绘制：准确吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖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，在旋转混匀器上混匀，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在485nm波长处，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.5 样品测定：精密吸取样品测定液2.0mL置于25mL比色管中，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，在旋转混匀器上混匀，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，用分光光度计在485nm波长处，以试剂空白为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时作样品空白实验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5}{m \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m—样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用粗多糖溶样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定溶液体积，mL。

2 原花青素的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

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 试样处理：取20粒胶囊内容物，研磨均匀，精密称定50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5 标准曲线：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。

2.6 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。

2.7 结果计算：

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

式中：

- X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；
- m₁—反应混合物中原花青素的量，μg；
- v—待测样液的总体积，mL；
- m—试样的质量，mg。

3 丹参酮IIA的测定

3.1 仪器

- 3.1.1 HPLC系统，紫外检测器，C18柱（4.6×200mm）。
- 3.1.2 超声波提取器。
- 3.1.3 实验室常用玻璃仪器。

3.2 试剂

- 3.2.1 甲醇：色谱醇。
- 3.2.2 乙腈：色谱醇。
- 3.2.3 丹参酮IIA（购于中国食品药品检定研究院，供含量测定用）标准溶液：精密称取丹参酮IIA标准品10mg，用甲醇溶解定容为10.0mL，摇匀，此液每毫升含丹参酮IIA 1.0mg。
- 3.2.4 丹参酮IIA标准使用液：用甲醇稀释为含丹参酮IIA 10μg/mL的标准使用液。
- 3.3 样品处理：精密称取本品（去壳粉碎）约1.0g左右，于50mL棕色容量瓶中，加入约30mL甲醇，超声波提取3~5min，用甲醇定容为50.0mL，过滤，滤液过0.45μm水相滤膜，滤液即为样品处理液。
- 3.4 样品测定：取20μL滤液，注入HPLC系统，在下述条件下分析，外标法定量。
- 3.5 丹参酮IIA标准曲线：配制含丹参酮IIA浓度分别为1.0、2.5、5.0、7.5、10.0μg/mL的标准系列，分别进样20μL，HPLC分析，绘制标准曲线（或用单点标准溶液测定）。

3.6 色谱条件

- 3.6.1 流动相：水+乙腈=60+40。
- 3.6.2 流动相流速：1.0mL/min。
- 3.6.3 检测波长：270nm。

3.7 结果计算

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

式中：

- X—试样中丹参酮IIA的含量，mg/g；
- m—试样质量，g；
- C—试样处理液中丹参酮IIA的浓度，μg/mL；
- V—试样处理液体积，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. 丹参、当归、枸杞子、玫瑰花、玉米淀粉、二氧化硅：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 2. 山楂：应符合《中华人民共和国药典》的规定，且展青霉素≤50μg/kg。
- 3. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽 应符合相关食品安全国家标准

制法	经粉碎、过筛、浸泡（3倍量石油醚浸泡48h，过滤）、提取（分别6、5、5倍量95%乙醇回流提取3次，分每次1.5h）、回收乙醇、沉降（4倍量去离子水沉降2h）、过滤、萃取（同体积乙酸乙酯萃取3次）、浓缩、真空干燥（80℃，-0.08MPa）、粉碎、过筛、包装等工艺制成
得率，%	2~7
感官要求	黄棕色至红棕色粉末，无结块，气微，味涩，无正常视力可见外来异物
原花青素，%	≥95.0
水分，%	≤5
灰分，%	≤2
粒度	100目
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
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 维生素E粉（dl-α-醋酸生育酚、大豆油、淀粉）

项 目	指 标
来源	dl-α-醋酸生育酚、大豆油、淀粉
制法	经熔油、乳化、均质、喷雾干燥（进风温度160~200℃，出风温度70~100℃）、混合、过筛、包装等主要工艺加工制成
感官要求	白色自由流动、均一大小球状颗粒的粉末，几乎无味
水分，%	≤5
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
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
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 维生素C（L-抗坏血酸）：应符合GB 14754《食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》的规定。