

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G20210066

健维士牌红曲纳豆胶囊

- 【原料】 红曲、纳豆冻干粉
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002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	内容物呈红棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，外观光滑、无破损；内容物为粉末
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	GB 5009.3
灰分，%	≤6	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	≤0.2	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	GB 5009.22
桔青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.222

【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
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
洛伐他汀, mg/100g	180~330	1 洛伐他汀的测定
总黄酮（以芦丁计）, g/100g	≥0.2	2 总黄酮的测定

1 洛伐他汀的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

1.1 范围

本方法规定了保健食品中洛伐他汀含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他汀作为功效成分添加于片剂、胶囊以及红曲发酵原料等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量2.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围2.00~300μg/mL。

1.2 原理：将酸性介质中的试样使用三氯甲烷进行提取，挥干提取溶剂，以流动相定容，根据高效液相色谱紫外检测器在238nm处的响应进行定性定量。

1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯。

1.3.2 三氯甲烷：分析纯。

1.3.3 磷酸：分析纯。

1.3.4 洛伐他汀标准储备液：准确称量洛伐他汀标准品0.0400g，加入检测用流动相并定容至100mL。此溶液每1mL含0.4mg洛伐他汀。

1.3.5 洛伐他汀标准使用液：将洛伐他汀标准储备溶液用流动相稀释10倍。此溶液每1mL含40μg洛伐他汀。

1.4 仪器设备

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 涡旋混匀器。

1.4.4 离心机。

1.4.5 真空泵。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样处理：将胶囊试样粉碎并混合均匀，根据试样中洛伐他汀含量准确称取一定量试样于50mL试管中，加入10.0mL pH=3磷酸水溶液。超声提取10min后再加入10.0mL三氯甲烷，置于涡旋混匀器3min。静置后去掉上层水相，将三氯甲烷层以3000rpm离心3min。准确吸取上清液1.0mL至5mL试管中，将试管置于5

0℃左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。向试管中加入流动相并定容至5.0mL, 彻底混匀, 经0.45μm滤膜过滤后待进样。

1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱: C₁₈柱, 4.6×250mm。

1.5.2.2 柱温: 室温。

1.5.2.3 紫外检测器: 检测波长238nm。

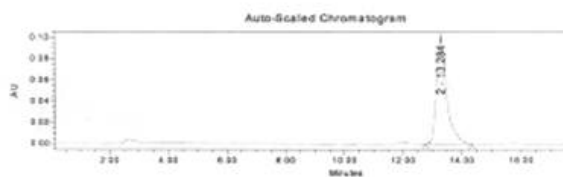
1.5.2.4 流动相: 甲醇-水-磷酸=385: 115: 0.14。

1.5.2.5 流速: 1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量: 10μL。

1.5.2.7 色谱分析: 量取10μL标准溶液系列及试样溶液注入色谱仪中, 以保留时间定性, 以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

1.5.2.8 色谱图



色谱图中洛伐他丁浓度为25μg/mL

1.5.3 标准曲线制备: 配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他丁标准溶液, 在给定的仪器条件下进行液相色谱分析, 以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

1.5.4 分析结果表示

1.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times 50 \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中:

X—试样中洛伐他丁的含量, g/100g;

h_1 —试样峰高或峰面积;

c—标准溶液浓度, mg/mL;

50—试样稀释倍数;

h_2 —标准溶液峰高或峰面积;

m—试样量, g。

1.5.4.2 结果表示: 检测结果保留三位有效数字。

1.6 技术参数

1.6.1 准确度: 方法的回收率在93.3%~108.4%之间。

1.6.2 允许差: 平行样测定相对误差≤±5%。

2 总黄酮的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉。

2.1.2 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。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

2.2 分析步骤

2.2.1 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。此液于波长360nm测定吸收值。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。

2.2.2 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, 于波长360nm比色。求回归方程, 计算试样中总黄酮含量。

2.3 计算和结果表示

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

式中：

- X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；
- A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；
- M—试样质量，g；
- V₁—测定用试样体积，mL；
- V₂—试样定容总体积，mL。

计算结果保留二位有效数字。

【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. 红曲：应符合QB/T 2847《功能性红曲米（粉）》的规定。
- 2. 纳豆冻干粉

项 目	指 标
来源	大豆（ <i>Glycine max</i> (Linn.) Merr.）
制法	经蒸煮、接种、发酵（枯草芽孢杆菌，37～54℃，18～19h）、冷冻干燥（-30～-45℃，13～36h）等主要工艺制成
感官要求	淡黄色至深黄色粉末或微粒，无结块；具有纳豆特有的香气，无异味；无肉眼可见外来杂质
蛋白质，g/100g	≥25
总黄酮，g/100g	≥0.5
粒度，80目筛	95%通过
水分，g/100g	≤7
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10
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. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

