

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100416

臻久®蝙蝠蛾拟青霉红景天胶囊

- 【原料】 蝙蝠蛾拟青霉、红景天、红花、三七
- 【辅料】 玉米淀粉、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经提取（8倍量70%乙醇回流提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、减压干燥（60℃，0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、制粒、装囊、包装、辐照灭菌（⁶⁰Co，6kGy）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】 聚乙烯塑料瓶应符合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	内容物呈深棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；内容物为颗粒
杂质	无肉眼可见的外来杂质

【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，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.5	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
------------	------	--------------

【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
腺苷, mg/100g	≥130	1 腺苷的测定
红景天苷, mg/100g	≥50	2 红景天苷的测定

1 腺苷的测定

1.1 色谱条件

1.1.1 色谱柱: 十八烷基硅烷键合硅胶。

1.1.2 流动相: 含2%四氢呋喃的磷酸缓冲溶液 (0.066mol/L KH_2PO_4 -0.066mol/L Na_2HPO_4 =2:3)。

1.1.3 检测波长: 260nm。

1.1.4 流速: 1.0mL/min。

1.1.5 理论塔板数: 按腺苷峰计算应不少于3000。

1.1.6 进样量: 20μL。

1.2 对照品溶液制备: 取腺苷对照品10mg, 精密称定, 置25mL容量瓶中, 用稀乙醇溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取2mL, 置100mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

1.3 样品溶液制备: 取本品2.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入稀乙醇溶液50mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率250W, 频率33KHZ) 30min, 取出, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 静置。精密量取续滤液1mL, 置5mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

1.4 样品测定: 精密吸取上述两种溶液各20μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

1.5 结果计算

$$C_X = \frac{C_R \times A_X}{A_R}$$

式中:

C_X —样品溶液的浓度;

A_X —样品峰面积;

A_R —对照品峰面积;

C_R —对照品溶液的浓度。

2 红景天苷的测定 (来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

2.1 范围

本方法规定了保健食品中红景天苷的测定方法。

本方法适用于以红景天为主要原料的保健食品中红景天苷的测定。

本方法的检出限：0.02μg。

本方法的线性范围：0.01~0.50μg/mL。

2.2 原理：将混匀的试样使用甲醇进行提取，根据高效液相色谱紫外检测器定性定量检测。

2.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.3.1 乙酸钠：分析纯。

2.3.2 甲醇：优级纯。

2.3.3 石油醚：分析纯。

2.3.4 红景天苷标准溶液：准确称量红景天苷标准品0.0200g，加入甲醇溶解并定容至10mL。此溶液每mL含2.0mg红景天苷。

2.4 仪器

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理

2.5.1.1 液体试样：准确量取摇匀后的液体试样20mL于50mL容量瓶中，先加入25mL甲醇，超声10min后用甲醇定容至刻度，混匀，经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.1.2 固体试样：取20粒以上片剂或胶囊试样进行粉碎混匀，准确称取适量试样（精确至0.001g）于50mL容量瓶中，加入甲醇，超声提取10min。取出后加入甲醇定容至刻度，混匀后以3000r/min离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm，5μm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长215nm。

2.5.2.4 流动相：甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

2.5.2.5 流速：1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量：10μL。

2.5.2.7 色谱分析：取10μL标准溶液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。

2.5.3 标准曲线制备：分别配制浓度为0.0、0.01、0.02、0.05、0.20、0.50μg/mL红景天苷标准溶液，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。

2.5.4 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中红景天苷的含量，mg/g；

h₁—试样峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

V—试样定容体积，mL；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

计算结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在91.7~98.6%之间。

2.6.2 允许差：在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的±10%。

【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. 蝙蝠蛾拟青霉：

项 目	指 标
来源	冬虫夏草菌
制法	经深层发酵培养（26~28℃，20~40h）、过滤、干燥（75±5℃，30~35h）、粉碎等主要工艺制成。
感官要求	浅棕色粉末，具本品特有的香味，味微苦，无异味，无杂质
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
多糖（以无水葡萄糖计），g/100g	≥4.0
甘露醇类物质，g/100g	≥8.0
腺苷，mg/100g	≥180.0
蛋白质，g/100g	≥25.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
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. 红景天、红花、三七、玉米淀粉、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
