

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100553

名实牌倍奥胶囊

【原料】 山茱萸、西洋参、韭菜子、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（山茱萸、西洋参、韭菜子用8倍量70%乙醇80～90℃提取2次，每次1.5h）、过滤、浓缩、干燥（-0.085Mpa，65℃）、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	内容物呈棕褐色至棕黑色
滋味、气味	具中药气味，微苦，无异味
性状	硬胶囊完整，表面光滑，无破损；内容物为颗粒状
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，%	≤11	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	≤0.1	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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥3.5	1 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥220	2 腺苷的测定

1 总皂苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

1.1 试剂

1.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

1.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

1.1.7 高氯酸: 分析纯

1.1.8 冰乙酸: 分析纯

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计

1.2.2 层析柱

1.3 实验步骤

1.3.1 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,再用水定容至100mL,摇匀,放置,吸取上清液1.0mL进行柱层析。

1.3.2 柱层析:用10mL注射器作层析管,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1.3.1),用25mL水洗柱,弃去洗脱液,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。

1.3.3 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。

1.3.4 标准管:吸取人参皂苷Re标准溶液(2.0mg/mL)100μL放蒸发皿中,放在水浴挥干(低于60℃),或热风吹干(勿使过热),以下操作从“1.3.2柱层析…”起,与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算:

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

式中:

X—试样中总皂苷含量(以人参皂苷Re计), g/100g;

A₁—被测液的吸光度值;

A₂—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。

计算结果保留二位有效数字。

2 腺苷的测定(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腺苷的测定方法。

本方法适用于以冬虫夏草为主要原料的保健食品中腺苷的测定。

本方法的检出限: 0.04μg。

本方法的线性范围: 0.40~60.0μg/mL。

2.2 原理:将粉碎的胶囊、片剂试样使用乙醇-水进行提取,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 磷酸二氢钾:分析纯。

2.3.2 无水乙醇:优级纯。

2.3.3 甲醇:优级纯。

2.3.4 提取液:乙醇-水=3:2。

2.3.5 腺苷标准溶液:准确称量腺苷标准品0.0100g,加入水溶解并定容至25mL。此溶液每mL含0.4mg腺苷。

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: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25mL容量瓶中,加入约20mL提取液,超声提取10min。取出后加入提取液定容至刻度,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，4.6×150mm，5μm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

2.5.2.4 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90。

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0.400、2.00、4.00、20.0、60.0μg/mL腺苷标准溶液，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 分析结果的表示

2.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

- X—试样中腺苷的含量，mg/100g；
- 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。

2.5.4.2 结果表示：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92.7%~98.3%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. 山茱萸、西洋参、韭菜子：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体

项 目	指 标
来源	从新鲜冬虫夏草中分离所得蝙蝠蛾拟青霉[<i>Paecilomyces hepiali</i> chen et Dai, sp, nov]
制法	经发酵培养（蝙蝠蛾拟青霉菌种 <i>Ganoderma Lucidum</i> ：1. 摇床培养24h，25℃~30℃；2. 种子罐培养30~40h，25℃~30℃；3. 发酵罐培养30~40h，25℃~30℃）、发酵液经板框过滤分离、干燥（螺带真空干燥机-0.08Mpa，75±5℃，6~10h；再进入流化床干燥机75±5℃，2~5h）、粉碎、过筛、包装等工艺制成
感官要求	棕黄色至棕色粉末，具有产品特有香味、味微苦、无异味，无正常视力可见异物

腺苷，mg/100g	≥300
甘露醇，mg/100g	≥8.0
水分，%	≤9.0
粒度	100%通过80目筛
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.3
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤100
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