

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20230025

苏铂富德牌姜黄灵芝红景天胶囊

【原料】 红景天提取物、灵芝提取物、姜黄提取物

【辅料】 微晶纤维素、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，完整光洁；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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥ 1.0	1 粗多糖的测定
水分，%	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤ 4.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤ 60	《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

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

本方法所用试剂除特殊注明外,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 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。

1.2.3 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。

1.2.4 葡萄糖标准储备液: 准确称取相对分子质量 5×10^5 已干燥至恒重的葡萄糖标准品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葡萄糖。

1.2.5 葡萄糖标准使用液: 吸取葡萄糖标准储备液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含葡萄糖0.10mg。

1.3 测定步骤

1.3.1 样品处理:

1.3.1.1 样品提取: 称取混合均匀的固体样品2.0g,置于100mL容量瓶中,加水80mL左右,于沸水浴上加热2h,冷却至室温后补加水至刻度,混匀后,过滤,弃去初滤液,收集余下滤液供沉淀多糖。

1.3.1.2 沉淀粗多糖: 准确吸取1.3.1.1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% (体积分数)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,供测定用。

1.3.2 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL (相当于葡萄糖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。以葡萄糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

1.3.3 样品测定: 准确吸取样品测定液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。从标准曲线上查出葡萄糖含量,计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.4 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times 100}{m \times V_2 \times 1000}$$

式中:

X—样品中粗多糖含量 (以葡萄糖计), %;

m_1 —样品处理液中葡萄糖的质量, mg;

m—取样量, g;

V_1 —样品处理液总体积, mL;

V_2 —测定用体积, mL。

【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
红景天苷, mg/100g	≥750	1 红景天苷的测定
姜黄素 (以C ₂₁ H ₂₀ O ₆ 计), g/100g	≥11.0	按《中华人民共和国药典》中“姜黄”项下“含量测定”规定的方法

1 红景天苷的测定

1.1 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。

1.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用双蒸水。

1.2.1 乙酸钠: 分析纯。

1.2.2 甲醇: 优级纯。

1.2.3 石油醚: 分析纯。

1.2.4 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。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器 (UV)。

1.3.2 超声波清洗器。

1.3.3 离心机

1.4 分析步骤

1.4.1 固体试样: 取20粒以上胶囊内容物试样进行混匀, 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3000rpm离心3min。经0.45μm滤膜过滤后供液相色谱分析用。

1.4.2 液相色谱参考条件

1.4.2.1 色谱柱: C₁₈柱 4.6×250mm, 5μm。

1.4.2.2 柱温: 室温。

1.4.2.3 紫外检测器: 检测波长 215nm。

1.4.2.4 流动相: 甲醇:0.02mol/L乙酸钠溶液=9:91。

1.4.2.5 流速: 1.0mL/min。

1.4.2.6 进样量: 10μL。

1.4.2.7 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。

1.4.3 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。

1.4.4 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times V_1}{h_2 \times m \times 1000}$$

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;

h_2 —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。

【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. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	红景天（干燥根茎） 应符合《中华人民共和国药典》的规定
拉丁名	<i>Rhodiola crenulata</i> (Hook. f. et Thoms.)H. O hba
制法	经提取（6倍量70%食用乙醇回流提取2次，每次2h）、浓缩、真空干燥（60-70℃，-0.04~-0.08MPa）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕色粉末
得率，%	约18
红景天苷，%	≥2.0
粒度，目	80
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
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	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
真菌和酵母，CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

2. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	赤芝或紫芝干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
拉丁名	赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (Leyss. exFr.)Karst. 或 紫芝 <i>Ganoderma sinense</i> Zhao, Xu et Zhang
制法	经提取（加9倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、真空干燥（60-70℃，-0.04~-0.08MPa）、粉碎、包装等主要工艺加工制成
感官要求	棕黄色粉末
得率，%	约10
粗多糖，%	≥5.0
粒度，目	80
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0

六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
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	≤1000
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
真菌和酵母, CFU/g	≤50
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

3. 姜黄提取物

项 目	指 标
来源	姜黄 (干燥根茎) 应符合《中华人民共和国药典》的规定
拉丁名	<i>Curcuma Longa</i> L.
制法	经提取 (4倍量食用乙醇40~50℃提取4次, 每次4 h)、浓缩、结晶、真空干燥 (65~75℃)、粉碎等主要工艺加工制成
得率, %	约4
感官要求	橙黄色至橙红色粉末
姜黄素, %	≥50.0
粒度, 目	80
干燥失重, %	≤2.0
灼烧残渣, %	≤4.0
重金属 (以Pb计), mg/kg	≤40.0
铅 (以Pb计), mg/kg	≤5.0
总砷 (以As计), mg/kg	≤3.0
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. 微晶纤维素: 应符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。

5. 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。