

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220191

亚宝牌纳豆红曲胶囊

- 【原料】 纳豆粉、红曲粉（经辐照）
- 【辅料】 二氧化硅
- 【生产工艺】 本品经辐照灭菌（红曲粉，⁶⁰Co，5kGy）、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	内容物呈棕红色
滋味、气味	具有本品固有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，整洁，无黏结、无变形、无破裂，内容物为粉末状
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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
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
桔青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.222
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5.0	GB 5009.22
蛋白质, g/100g	≥6.5	GB 5009.5

【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
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
洛伐他汀, mg/100g	100~400	1 洛伐他汀的测定

1 洛伐他汀的测定

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。

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, 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mL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液用流动相稀释10倍。此溶液每mL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 试样处理

1.5.1 将胶囊内容物混合均匀, 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10mL 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。

1.5.2 准确吸取上清液1.0mL至5mL试管中, 将试管置于50℃左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。

- 1.5.3 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。
- 1.6 液相色谱参考条件
 - 1.6.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。
 - 1.6.2 柱温：室温。
 - 1.6.3 紫外检测器：检测波长238nm。
 - 1.6.4 流动相：甲醇：水：磷酸=385：115：0.14。
 - 1.6.5 流速：1.0mL/min。
 - 1.6.6 进样量：10μL。
 - 1.6.7 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。
 - 1.6.8 色谱图

1.7 标准曲线制备：配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他汀标准溶液，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。

1.8 分析结果表示：

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

式中：

- X—试样中洛伐他汀的含量，g/100g；
- h₁—试样峰高或峰面积；
- c—标准溶液浓度，mg/mL；
- 50—试样稀释倍数；
- h₂—标准溶液峰高或峰面积；
- m—试样量，g。

结果表示：检测结果保留三位有效数字。

1.9 技术参数：

准确度：方法的回收率在93.3%-108.4%之间。

允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

【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. 纳豆粉

项 目	指 标
来源	大豆
制法	经清洗、浸泡、蒸煮灭菌（115℃左右、15 h）、接种（纳豆芽孢杆菌）、发酵培养（38℃左右、24h左右）、冷藏、冷冻干燥（-40℃、24-48h）、粉碎等主要工艺制成
感官要求	浅黄色至棕黄色，纳豆特有的香气、无异味，粉末，无霉变，无正常视力可见外来异物
水分，%	≤8.0

灰分，%	≤8.0
蛋白质，%	≥15
铅(以Pb计)，mg/kg	≤2.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5.0
纳豆激酶，FU/g	≥2500
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. 红曲粉（经辐照）

项 目	指 标
来源	大米
制法	经浸泡、沥干、蒸饭（凉米至温度40-50℃）、添加营养液、装瓶灭菌、冷却（40℃）、接种（接种量0.5mL/g）、发酵（高温培养32℃，6d，每天摇瓶一次；低温培养25℃，8d，每天摇瓶一次）、干燥（50℃以下烘干，12h）、粉碎等主要工艺制成
感官要求	棕红至暗紫红色粉末，无霉变，具有红曲粉固有的曲香，略带苦味，无正常视力可见外来异物
水分，%	≤10
铅(以Pb计)，mg/kg	≤10.0
总砷（以As计），mg/kg	≤4.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
桔青霉素，μg/kg	≤50
洛伐他汀，%	≥0.4
菌落总数，CFU/g	≤5000
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

3. 二氧化硅：应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。
