

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G20100567

瀚海同仁[®]沙棘黄芪氨基酸胶囊

【原料】 沙棘、黄芪、枸杞子、山药、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、复合氨基酸

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（10倍量水95~100℃提取3次，每次1.5h）、过滤、浓缩、真空干燥（60~70℃，-0.075~-0.085MPa）、粉碎、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】 药品包装用铝箔应符合YBB00152002的规定；聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212005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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品固有的中药香气，无异味
性状	硬胶囊，整洁，不得有粘连、变形或破裂；内容物为粉末
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	≤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

【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 4789.10

【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
粗多糖(以葡聚糖计), mg/100	≥400	1 粗多糖的测定
腺苷, mg/100g	≥50	2 腺苷的测定

1 粗多糖的测定

1.1 试剂

除特殊注明外,所用试剂均为分析纯;所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.1.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL,混匀。

1.1.2 氢氧化钠溶液(100g/L): 称取100g氢氧化钠,加水溶解并稀释至1L,加入固体无水硫酸钠至饱和,备用。

1.1.3 铜储备溶液: 称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠,加水溶解并稀释1L,混匀、备用。

1.1.4 铜试剂溶液: 取铜储备溶液50mL,加水50mL,混匀后加入固体无水硫酸钠12.5g并使其溶解。临用新配。

1.1.5 洗涤剂: 取水50mL,加入10mL铜试剂溶液、10mL氢氧化钠溶液,混匀。

1.1.6 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。

1.1.7 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。

1.1.8 葡聚糖标准储备液：精密称取干燥至恒重的葡聚糖标准品0.5000g，加水溶解并定容至50mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液1mL含葡聚糖10.0mg。

1.1.9 葡聚糖标准使用液：吸取葡聚糖标准储备液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含葡聚糖0.10mg。

1.2 仪器

1.2.1 分光光度计

1.2.2 离心机

1.2.3 旋转混匀器

1.3 标准曲线的制备：精密吸取葡聚糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL（相当于葡聚糖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。以葡聚糖浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

1.4 样品处理

1.4.1 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，收集续滤液供沉淀粗多糖。

1.4.2 沉淀粗多糖：精密取1.4.1项续滤液5.0mL，置于50mL离心管中，加入无水乙醇20mL，混合5min后，以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用80%（v/v）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，供沉淀葡聚糖。

1.4.3 沉淀葡聚糖：精密取1.4.2项终溶液2mL，置于20mL离心管中，加入100g/L氢氧化钠溶液2.0mL、铜试剂溶液2.0mL，于沸水浴中煮沸2min，冷却后以3000r/min离心5min，弃去上清液。残渣用洗涤液数毫升洗涤，离心后弃上清液，反复3次操作后，残渣用10%（v/v）硫酸溶液2.0mL溶解并转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。此溶液为样品测定液。

1.5 样品测定：精密吸取样品测定液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后，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，以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量。同时做样品空白实验。

1.6 结果计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{M \times V_2 / V_1 \times V_4 / V_3 \times V_6 / V_5}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/g；

W₁—样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

W₂—样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

M—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V₅—样品测定液总体积，mL；

V₆—测定用样品测定液体积，mL。

2 腺苷的测定

2.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

2.1.1 磷酸二氢钾：分析纯。

- 2.1.2 无水乙醇：优级纯。
- 2.1.3 甲醇：优级纯。
- 2.1.4 提取液：乙醇-水=3:2。
- 2.1.5 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。

2.2 仪器

2.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.2.2 超声波清洗器。

2.2.3 离心机。

2.3 分析步骤

2.3.1 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。

2.3.2 液相色谱参考条件

2.3.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×150mm，5μm。

2.3.2.2 柱温：室温。

2.3.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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

2.3.2.5 流速：1.0mL/min。

2.3.2.6 进样量：10μL。

2.3.2.7 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。

2.3.3 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。

2.3.4 分析结果的表示

2.3.4.1 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。

2.3.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.4 技术参数

2.4.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

2.4.2 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. 沙棘、黄芪、枸杞子、山药：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粉

项 目	指 标
来源	新鲜冬虫夏草 <i>Cordyceps sinensis</i> (Berk) Sacc.
制法	经发酵培养（接种量15%，pH5~7.5，24~28℃，3天）、分离、干燥（90±5℃，30~35h）、粉碎、包装等工艺制成
感官要求	浅棕色粉末，具有本品特有的香味，味微苦，无异味，无外来可见杂质
腺苷，mg/100g	≥180
甘露醇类物质，g/100g	≥8
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
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	≤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

3. 复合氨基酸

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
来源	蚕蛹		
制法	经水解（3~4倍稀盐酸溶液，105~110℃、20~24h）、中和（3~4倍氢氧化钠调pH6~7）、脱色（0.3~0.5%活性炭，90℃以上，2~3h）、脱钙（0.1mol/L EDTA二钠，1:15，常温36~48h）、脱盐（电渗析，10~20L/h）、脱色（0.5~1%硅藻土，50~60℃，1~1.5h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度220℃，出口温度60℃）、包装等工艺制成		
感官要求	浅黄色至黄褐色粉末，具有复合氨基酸特有气味，无外来可见杂质		
氨基酸，%	≥79.5	≥74.8	≥65
总氮，%	≥11.5	≥10.5	≥10
氨基酸态氮，%	≥8.5	≥8.0	≥7.0
水分，%	≤7.5	≤7.5	≤8.0
水不溶物，%	≤0.5	≤1.0	≤1.0
pH	4.5~6.5	4.5~6.5	4.5~6.5
3-氯-1,2-丙二醇，mg/kg	≤1.0	≤1.0	≤1.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	≤2.0	≤2.0
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0	≤1.0	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	≤0.3	≤0.3
菌落总数，CFU/g	≤30000	≤30000	≤30000

大肠菌群, MPN/g	≤0.92	≤0.92	≤0.92
酵母和霉菌, CFU/g	≤50	≤50	≤50
沙门氏菌	≤0/25g	≤0/25g	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	≤0/25g	≤0/25g

4. 糊精、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改