

## 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G20080132

## 瑞瑞牌艾可林胶囊

【原料】 淫羊藿提取物、人参提取物、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、五味子提取物

【辅料】 玉米淀粉

【生产工艺】 本品经混合、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】 口服固体药用聚酯瓶应符合YBB00262002的规定；铝防伪盖应符合BB/T0034 2006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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味，气味独特，味苦
性状	硬胶囊，内容物为粉状
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，%	≤9	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.5	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
细菌总数, 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
淫羊藿苷, mg/100g	≥5000	1 淫羊藿苷的测定
总皂苷, mg/100g	≥1000	2 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥43.9	3 腺苷的测定

## 1 淫羊藿苷的测定

### 1.1 色谱条件

1.1.1 色谱柱: Shimadzu VP-ODS (C18, 150×4.6mm)。

1.1.2 流动相: 流动相A为乙腈, 流动相B为0.2%醋酸水溶液。

1.1.3 检测波长: 270nm。

1.1.4 流速: 1.0mL/min。

1.1.5 柱温: 30℃。

1.1.6 进样量: 10μL

1.1.7 理论塔板数: 以淫羊藿苷计算不低于3000。

1.2 对照品溶液的制备: 精密称取淫羊藿苷对照品适量, 用甲醇溶解, 配成浓度为1mg/mL的对照品溶液。

1.3 供试品溶液的制备: 取本品50mg, 精密称定, 置50mL容量瓶中, 加甲醇30mL, 超声处理10min, 放冷, 再加甲醇至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45μm)滤过, 取续滤液做为供试品溶液。

1.4 样品的测定: 梯度程序起始时, A15% B85%, 10min开始A30% B70%, 25min开始A50% B50%; 45min开始A15% B85%。

## 2 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))

### 2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇: 分析纯。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

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

2.1.7 高氯酸: 分析纯

2.1.8 冰乙酸: 分析纯

2.1.9 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。

## 2.2 仪器

### 2.2.1 比色计

### 2.2.2 层析柱

## 2.3 实验步骤

### 2.3.1 试样处理

2.3.1.1 固体试样：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。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

## 2.4 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；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—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。

## 3 腺苷的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

### 3.1 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。

3.2 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。

### 3.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

3.3.1 磷酸二氢钾：分析纯。

3.3.2 无水乙醇：优级纯。

3.3.3 甲醇：优级纯。

3.3.4 提取液：乙醇-水=3:2。

3.3.5 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。

### 3.4 仪器

3.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

3.4.2 超声波清洗器。

3.4.3 离心机。

### 3.5 分析步骤

3.5.1 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。

#### 3.5.2 液相色谱参考条件

3.5.2.1 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，4.6×150mm，5μm。

3.5.2.2 柱温：室温。

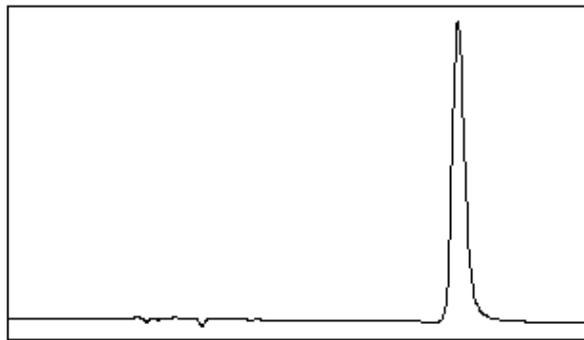
3.5.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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

3.5.2.5 流速：1.0mL/min。

3.5.2.6 进样量：10μL。

3.5.2.7 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。



腺苷标准溶液色谱图

3.5.3 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。

#### 3.5.4 分析结果的表示

##### 3.5.4.1 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；

h<sub>1</sub>—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<sub>2</sub>—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样质量，g。

3.5.4.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

### 3.6 技术参数

3.6.1 准确度：方法的回收率在92.7%~98.3%之间。

3.6.2 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. 淫羊藿提取物

#### 淫羊藿提取物质量要求

项 目	指 标
来源	小檗科植物淫羊藿 <i>Epimedium brevicomu</i> Maxim.、箭叶淫羊藿 <i>Epimedium sagittatum</i> (Sieb. et Zucc.) Maxim.、柔毛淫羊藿 <i>Epimedium pubescens</i> Maxim. 或朝鲜淫羊藿 <i>Epimedium koreanum</i> Nakai的干燥叶  应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经检验、提取（10倍量70%乙醇回流提取1h）、过滤、浓缩、静置、萃取（3、2倍量乙酸乙酯）、浓缩、干燥（进风温度220℃，出风温度102℃）等主要工艺制成。
得率，%	2.5~3.0
感官要求	灰黄色，味苦，淡芳香粉末
淫羊藿苷（按干燥品计），%	≥20.0
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度	80目
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
细菌总数，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. 人参提取物

#### 人参提取物质量要求

项 目	指 标
来源	五加科植物人参 <i>Panax C. A. Mey.</i> 的干燥根和根茎  应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经检验、提取（10倍量70%乙醇常温浸提2h）、过滤、浓缩、7倍水水沉、干燥（60~70℃）、粉碎、包装等主要工艺制成。
得率，%	30~35
感官要求	淡黄色或淡棕黄色，味苦，粉末状
人参总皂苷含量，%	≥8
水分，%	≤5
灰分，%	≤10
粒度	100目
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
细菌总数，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. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

#### 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉质量要求

项 目	要 求
来源	蝙蝠蛾拟青霉 <i>Paecilomyces hepialid</i> Chen&Dai
制法	经深层发酵培养（24~25℃，72h）、过滤、干燥（90℃）、粉碎等主要工艺制成。
感官要求	浅棕色，味微苦，无异味，具本品特有的香气，粉末状
甘露醇类物质，%	≥8.0
腺苷，mg/100g	≥180.0
粒度	120目
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
细菌总数，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. 五味子提取物

##### 五味子提取物质量要求

项 目	指 标
来源	木兰科植物五味子 <i>Schisandra chinensis</i> (Turcz.) Baill. 的干燥成熟果实  应符合《中华人民共和国药典》的要求
制法	经检验、提取（12倍量65%乙醇先浸泡4h，回流提取2h）、过滤、浓缩、干燥（60℃）、粉碎、包装等主要工艺制成。
得率，%	10~15
感官要求	棕色，味苦涩，淡芬芳，粉末状
五味子醇甲，%	≥1.2
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
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
细菌总数，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

5. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。