

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20190502

澳卡芙牌淫羊藿红景天西洋参胶囊

【原料】 蝙蝠蛾拟青霉菌粉、淫羊藿提取物、红景天提取物、西洋参提取物

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经混合、制粒、干燥、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】

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	内容物呈棕黄色至棕褐色
滋味、气味	具中药气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘连、无破损；内容物为颗粒和粉末
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	GB 5009.3
灰分，%	≤10	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	≤0.1	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
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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.9	1 总皂苷的测定
腺苷, mg/100g	≥100	2 腺苷的测定

1 总皂苷的测定

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1.0g左右的试样, 精密称定, 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

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：准确称取试样0.5g（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。

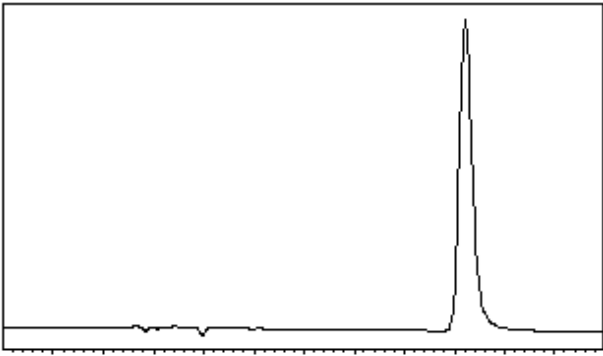
2.3.2.3 紫外检测器：检测波长254nm。

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。



腺苷标准溶液色谱图

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。

【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. 蝙蝠蛾拟青霉菌粉

项 目	指 标
来源	蝙蝠蛾拟青霉菌
制法	经发酵培养（25℃，pH5，72h）、过滤（200目筛）、干燥（90±5℃）、粉碎（80目筛）、包装等主要工艺制成
感官要求	浅棕色粉末状；具有本品特有的香味，味微苦，无异味；无杂质
水分，%	≤8.0
灰分，%	≤8.0
多糖（以无水葡萄糖计），g/100g	≥4.0

蛋白质, g/100g	≥25.0
甘露醇类物质, g/100g	≥8.0
腺苷, mg/100g	≥180.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.0
砷（以As计）, mg/kg	≤0.5
汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤40
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

2. 淫羊藿提取物

项 目	指 标
来源	淫羊藿（ <i>Epimedium brevicornu</i> Maxim） 干燥地上部分 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇85~86℃提取2次，每次1.5h）、滤过、浓缩、减压干燥（-0.075~-0.085 MPa，65℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率, %	12.5
感官要求	棕黄色或棕褐色粉末；具本品特有滋味、气味；均匀、无可见异物
淫羊藿苷, %	≥3
粒度(80目筛的通过率), %	≥95
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅（以Pb计）, ppm	≤0.5
砷（以As计）, ppm	≤0.3
硫化物	不得检出
有机磷	不得检出
有机残留	不得检出
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000

霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

3. 红景天提取物

项 目	指 标
来源	红景天 <i>Rhodiola crenulata</i> (HooK. f. et. Thoms) H. Ohba的干燥根及根茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（12倍量75%乙醇81~82℃提取2次，每次1.5h）、滤过、浓缩、减压干燥（-0.075~-0.085MPa，65℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率，%	10
感官要求	棕黄色至红棕色粉末；气香，味苦；均匀、无可见异物
红景天苷，%	≥2.5
粒度(80目筛的通过率)，%	≥90
干燥失重，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
铅（以Pb计），ppm	≤1.0
砷（以As计），ppm	≤0.5
硫化物	不得检出
有机磷	不得检出
有机残留	不得检出
溶剂残留	不得检出
六六六，mg/kg	≤0.01
滴滴涕，mg/kg	≤0.01
菌落总数，CFU/g	≤1000
霉菌，CFU/g	≤25
酵母，CFU/g	≤25
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

4. 西洋参提取物

--	--

项 目	指 标
来源	西洋参 (<i>Panax quinquefolium L</i>) 的干燥根 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取 (70%乙醇85~86℃提取2次, 每次1.5 h)、滤过、浓缩、减压干燥 (-0.075~-0.085MPa, 65℃)、粉碎、包装等主要工艺制成
提取率, %	16.7
感官要求	黄白色或棕黄色粉末; 味苦, 无异味; 均匀、无可见异物
总皂苷 (以人参皂苷Re计), %	≥20
粒度 (120目筛的通过率), %	≥95
干燥失重, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅 (以Pb计), ppm	≤1.0
砷盐 (以As计), ppm	≤0.5
硫化物	不得检出
有机磷	不得检出
有机残留	不得检出
六六六, mg/kg	≤0.10
滴滴涕, mg/kg	≤0.01
菌落总数, CFU/g	≤1000
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出