

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20160441

辛朋友牌福星胶囊

- 【原料】 蜂王浆冻干粉、酸枣仁提取物、刺五加提取物、灵芝提取物
- 【辅料】 微晶纤维素、二氧化硅、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	内容物呈乳黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味
状态	硬胶囊，完整光洁，无破损，内容物为粉末状，无肉眼可见的杂质

【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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	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 4789.4

【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
10-羟基- α -癸烯酸, g/100g	≥0.84	1 10-羟基- α -癸烯酸的测定
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.26	2 总皂苷的测定

1 10-羟基- α -癸烯酸的测定

1.1 原理: 蜂王浆制品中10-羟基- α -癸烯酸(10-HDA)用甲醇或二氯甲烷提取, 于高效液相色谱仪中经反相分离后, 以外标法定量。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪: BIO-ROD 700, 附U1706多波长紫外检测器。

1.2.2 超声振荡器

1.2.3 微孔过滤器(滤膜0.45 μ m)

1.3 试剂

1.3.1 甲醇: 色谱纯

1.3.2 水: 三蒸水, 经超纯处理

1.3.3 二氯甲烷(分析纯)

1.3.4 磷酸(优级纯)

1.3.5 10-羟基- α -癸烯酸(10-HDA)标准品: 购自中国食品药品检定研究院。

1.3.6 30%氢氧化钠溶液

1.3.7 1mol/L盐酸

1.3.8 标准溶液: 准确称取10-羟基- α -癸烯酸标准品12.5mg于25mL容量瓶中, 用甲醇溶解摇匀并稀释至刻度, 此储备液每1mL含癸烯酸为0.5mg。

1.4 样品处理: 准确称取100~200mg样品于25mL容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 超声助溶, 过滤,

弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL续滤液于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

1.5 色谱分离条件：

1.5.1 色谱柱：Hypersil ODS2，4.6mm×200mm，5μm。

1.5.2 流动相：甲醇-水-磷酸=50:50:0.2(v/v)

1.5.3 检测器波长及灵敏度：210nm，0.001

1.5.4 流速：1mL/min

1.5.5 进样量：10~20μL

1.6 标准曲线的绘制：分别准确吸取标准溶液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-羟基-α-癸烯酸浓度分别为5、10、15、20、30μg/mL，各取10μL注入高效液相色谱仪中，以10-羟基-α-癸烯酸峰面积为纵坐标，标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线图。

1.7 样品测定：样品处理液经0.45μm滤膜精滤后，取10~20μL进样测定，记录峰面积，在标准曲线上查出相应的10-羟基-α-癸烯酸的质量。

1.8 结果计算

$m_1 \times n$

$X = \frac{\quad}{m \times 1000000} \times 100$

式中：

X—样品中10-羟基-α-癸烯酸的含量，g/100g；

m_1 —根据标准曲线查出的10-羟基-α-癸烯酸含量，μg；

n—稀释倍数；

m—样品质量，g；

1000000—μg换成g的换算系数。

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：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。

2.3.2 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：

$$X = (A_1 \times C \times V \times 100 \times 1) / (A_2 \times m \times 1000 \times 1000)$$

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。

【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. 蜂王浆冻干粉：应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。

2. 酸枣仁提取物

项 目	指 标
来源	酸枣 <i>Ziziphus jujuba Mill. var. spinosa (Bunge) Hu ex H. F. Chou</i> 的干燥成熟种子 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(5倍量90%乙醇回流提取3次，每次2h)、过滤、回收乙醇、浓缩、喷雾干燥（进风温度180℃，出风温度80℃）、混合、包装等工艺制成
提取率（或得率），%	2~3
感官要求	棕黄色至棕褐色粉末；气微，味淡
酸枣仁皂苷，%	≥1
水分，%	≤5.0
灰分，%	≤5.0
粒度	应全部通过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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
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. 刺五加提取物

项 目	指 标
来源	刺五加 <i>Acanthopanax senticosus</i> (<i>Rupr. et Maxim.</i>) <i>Harms</i> 的干燥根和根茎或茎 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取(加7倍量水煎煮提取2次, 每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度180℃, 出风温度80℃)、粉碎、过筛、混合、包装等工艺制成
提取率(或得率), %	6~8
感官要求	棕黄色粉末; 气微, 味微甜
总皂苷, %	≥0.8
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
粒度	应全部通过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
六六六, mg/kg	≤0.2
滴滴涕, mg/kg	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤1000
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

4. 灵芝提取物

项 目	指 标
来源	赤芝 <i>Ganoderma lucidum</i> (<i>Leyss. ex Fr.</i>) <i>Kars t.</i> 的干燥子实体 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	提取(加7倍量水煎煮提取2次, 每次2h)、过滤、浓缩、喷雾干燥(进风温度180℃, 出风温度80℃)、粉碎、过筛、混合、包装等工艺制成
提取率(或得率), %	2~3
感官要求	棕色至棕褐色粉末; 气微香, 味苦涩
多糖, %	≥10
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
粒度	应全部通过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
六六六，mg/kg	≤0.2
滴滴涕，mg/kg	≤0.2
菌落总数，CFU/g	≤1000
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

5. 微晶纤维素、二氧化硅、硬脂酸镁、明胶空心胶囊：应符合《中国人民共和国药典》的规定。
