

国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20150466

沛今牌来维胶囊

peijinpailaiwei jiaonang

【配方】 绞股蓝、红曲、山楂、枸杞子、杜仲、葛根、决明子(炒)、糊精

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、过筛、混合、装囊、包装等主要工艺加工制成。

【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色，色泽均匀
滋味、气味	味微苦，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破裂；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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.05~0.5	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤8.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》（2010年版）一部
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	GB 5009.12
砷（以As计），mg/kg	≤1.0	GB/T 5009.11
汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3	GB/T 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	《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“红曲产品中桔青霉素的测定”
展青霉素, µg/kg	≤50	GB/T 5009.185
黄曲霉毒素B ₁ , µg/kg	≤5	GB/T 5009.22

1 总蒽醌的测定

1.1 原理: 样品主要含结合态蒽醌和游离态蒽醌, 将样品用混合酸溶液加热水解, 将结合态蒽醌水解成游离态蒽醌, 利用蒽醌类成分可与碱液发生明显显色反应, 与标准对照溶液进行比较, 来测定样品中总蒽醌的含量。

1.2 试剂

1.2.1 1,8-二羟基蒽醌对照品: 含量≥98.0%

1.2.2 对照品溶液: 精密称取1,8-二羟基蒽醌对照品25.0mg, 加冰乙酸溶解并稀释至50mL。

1.2.3 盐酸: 分析纯

1.2.4 冰乙酸: 分析纯

1.2.5 10%氢氧化钠溶液: 分析纯, 称取氢氧化钠50g, 加水稀释至500mL。

1.2.6 4%氨溶液: 分析纯, 量取80mL浓氨溶液, 加水稀释至500mL。

1.2.7 10%氨溶液: 分析纯, 量取40mL浓氨溶液, 加水稀释至100mL。

1.2.8 25%盐酸溶液: 分析纯, 吸取70mL盐酸, 加水稀释至100mL。

1.2.9 混合酸溶液: 25%盐酸溶液2mL, 加冰乙酸18mL。

1.2.10 混合碱溶液: 取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氨溶液混合。

1.3 仪器

1.3.1 分光光度计

1.3.2 水浴锅

1.3.3 回流装置

1.4 试样处理: 取样品20粒, 取其内容物混匀待用。精密称取样品0.2g, 置于100mL圆底烧瓶中, 加混合酸溶液6mL, 混匀, 置沸水浴中回流15min, 放冷, 加乙醚30mL提取, 提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中, 继续用乙醚洗涤残渣二次, 每次5mL, 药渣再加混合酸溶液4mL, 置沸水浴中回流15min, 放冷, 用乙醚20mL提取, 并用乙醚洗涤残渣二次, 每次5mL, 合并乙醚液, 用水30、20mL振摇洗涤二次, 弃去水洗液, 乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次, 合并碱提取液, 置于100mL容量瓶中, 加混合碱溶液至刻度, 混匀, 取约50mL, 置于100mL锥形瓶中, 称重(准确至0.01g), 置沸水浴中回流30min, 取出, 迅速冷却至室温, 称重, 补加10%氨溶液到原来的重量, 混匀。

1.5 测定: 精密量取对照品溶液2.0mL, 置于100mL容量瓶中, 加混合碱溶液稀释至刻度, 混匀, 于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白, 于525nm波长处分别测定吸光度值。

1.6 结果计算

$$X = \frac{E_{\text{样}} \times M_{\text{对}}}{E_{\text{对}} \times M_{\text{样}} \times 25 \times 10}$$

式中:

X—样品中总蒽醌含量(以1,8-二羟基蒽醌计), g/100g;

E_样—样品溶液的吸光度值;

E_对—对照品溶液的吸光度值;

M_样—样品称取量, g;

M_对—对照品称取量, mg。

【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	≤1000	GB 4789. 2
大肠菌群, MPN/100g	≤40	GB/T 4789. 3-2003
霉菌, cfu/g	≤25	GB 4789. 15
酵母, cfu/g	≤25	GB 4789. 15
致病菌 (指沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789. 4、GB 4789. 5、GB 4789. 10、GB/T 4789. 11

【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	112.0~208.0	1 洛伐他汀的测定
总皂苷 (以人参皂苷Re计), g/100g	≥0.40	《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版)中“保健食品中总皂苷的测定”

1 洛伐他汀的测定

1.1 原理: 将本品用75%乙醇超声提取其中的洛伐他汀, 离心去除不溶残渣, 取上清液用反相高效液相色谱分离出内酯 (闭环) 及酸式 (开环) 洛伐他汀, 并用紫外检测器于238nm波长处检测。利用被测组分与标准品的保留时间定性, 利用被测组分峰面积与标准品的峰面积之比进行定量。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇: 色谱纯

1.2.2 无水乙醇: 分析纯

1.2.3 磷酸: 分析纯

1.2.4 氢氧化钠: 分析纯

1.2.5 洛伐他汀标准品: 购自中国食品药品检定研究院, 含量≥98.0%。

1.2.6 洛伐他汀标准贮备液: 准确称取洛伐他汀 (内酯) 标准品40.0mg, 以75%乙醇定容至100mL。此溶液浓度为400μg/mL。

1.2.7 洛伐他汀标准工作液: 准确量取洛伐他汀标准贮备液1mL, 以75%乙醇溶液定容10mL。此溶液浓度为40μg/mL。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器 (UV)

1.3.2 低速离心机

1.3.3 超纯水系统

1.3.4 超声波清洗器

1.3.5 精密分析天平

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: C₁₈柱, 250mm×4.6mm。

1.4.2 流动相: 甲醇-水-磷酸=385:115:0.14 (v/v/v)

1.4.3 检测波长: 238nm

1.4.4 柱温: 室温20~25℃

1.4.5 流速: 1.0mL/min

1.4.6 进样量: 20μL

1.5 样品溶液的制备: 取样品20粒, 取其内容物混匀待用。精确称取细粉0.5g, 置于50mL容量瓶中, 加入30mL75%乙醇 (v/v), 摇匀, 室温下超声50min。加75%乙醇至接近刻度, 再超声10min, 之后冷却至室温, 用75%乙醇定容至50mL。以3500r/min的旋转速度离心10min, 取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤, 滤液待用。

1.6 定性用酸式（开环）洛伐他汀的制备：称取洛伐他汀（内酯）标准品4mg，以0.2mol/L氢氧化钠溶液定容至100mL，在50℃条件下超声转化1h，放置到室温后再放置1h。

1.7 标准曲线的制备：配制浓度为0.1、1、10、30、75、150、300µg/mL洛伐他汀标准溶液，分析时，用洗脱液平衡分析柱，基线稳定后将不同浓度的洛伐他汀标准液进行HPLC分析，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，洛伐他汀含量为横坐标作图，线性关系良好，T在0.9995以上时，进行后续样品测定。

1.8 测定：将处理好的样品提取液20µL进样，与标准溶液保留时间对照定性，用被测组分内酯及酸式洛伐他汀峰面积之和与标准洛伐他汀（内酯）的峰面积之比进行定量。

1.9 结果计算

$$X = \frac{(h_1+h_2) \times c \times V \times 100}{h_3 \times m}$$

式中：

X—样品中洛伐他汀的含量，mg/100g；

h_1 —样品溶液内酯式洛伐他汀峰面积；

h_2 —样品溶液酸式洛伐他汀峰面积；

c—标准洛伐他汀（内酯）溶液浓度，mg/mL；

V—样品溶液稀释体积，mL；

h_3 —标准洛伐他汀（内酯）溶液峰面积；

m—样品称取量，g。

【保健功能】 辅助降血脂

【适宜人群】 血脂偏高者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母、慢性腹泻者

【食用方法及食用量】 每日2次，每次4粒，口服

【规格】 0.47g/粒

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处

【保质期】 24个月
