

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20151034

劲牌冬虫夏草珍珠黄芪当归玫瑰花胶囊（女士型）

【原料】

【辅料】

【生产工艺】 本品经提取、浓缩、干燥、粉碎、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】

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	内容物呈浅棕色至棕色
滋味、气味	具本品特有滋味、气味
性状	硬胶囊，完整；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见外来杂质

【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，g/100g	≤9	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤25	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《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
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.15

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	≤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
腺苷, mg/100g	≥11.0	1 腺苷的测定
粗多糖（以葡聚糖计）, g/100g	≥0.6	2 粗多糖的测定

1 腺苷的测定

1.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用双蒸水。

1.1.1 磷酸二氢钾：分析纯

1.1.2 甲醇：优级纯

1.1.3 腺苷标准液：精密称取腺苷标准品（购自中国食品药品检定研究院，供含量测定用）适量，加90%甲醇溶解制成每1mL含5μg的溶液，即得。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器

1.2.2 超声波清洗器

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱：安捷伦SB-C18，4.6×150mm，5μm。

1.3.2 流动相：甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液=10:90

1.3.3 检测波长：254nm

1.3.4 柱温：室温

1.3.5 流速：1.0mL/min

1.3.6 进样量：10μL

1.4 样品处理：取样品内容物，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入90%甲醇10mL，密塞，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用90%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

1.5 测定：吸取上述标准品溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定。

1.6 标准曲线的制备：分别配制浓度为0.400、2.00、4.00、20.00、60.0μg/mL腺苷标准溶液，在1.3项色谱条件下进行液相色谱分析，以峰面积对浓度做标准曲线。

1.7 结果计算

$$X = \frac{A_2 \times C \times 10}{A_1 \times m \times 1000} \times 100$$

式中:

X—样品中腺苷的含量, mg/100g;

A₁—标准品溶液的峰面积;

A₂—供试品溶液的峰面积;

C—标准品溶液的浓度, µg/mL;

m—样品质量, g。

2 粗多糖的测定

2.1 原理: 样品中相对分子量大于 1×10^4 的高分子物质在80%乙醇溶液中沉淀, 与水溶液中单糖和低聚糖分离, 用碱性二价铜试剂选择性地从其他高分子物质中沉淀具有葡聚糖结构的多糖, 用苯酚-硫酸反应, 以碳水化合物形式比色测定其含量, 其显色强度与粗多糖中葡聚糖的含量成正比, 以此计算样品中粗多糖含量。

2.2 试剂

除特殊说明外, 本方法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。

2.2.1 乙醇溶液(80%): 20mL水中加入无水乙醇80mL, 混匀。

2.2.2 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。

2.2.3 铜试剂储备液: 称取3.0g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0g柠檬酸钠, 加水溶解并稀释至1L, 混匀, 备用。

2.2.4 铜试剂溶液: 取铜试剂储备液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。

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

2.2.6 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。

2.2.7 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。

2.2.8 葡聚糖标准储备液: 精密称取相对分子量500000、已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。此溶液每1mL含葡聚糖10.0mg。

2.2.9 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。此溶液每1mL含葡聚糖0.10mg。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计

2.3.2 离心机: 3000r/min

2.4 标准曲线的绘制: 精密称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, 混合均匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却后用分光光度计于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。

2.5 样品处理

2.5.1 样品提取: 取样品约2.0g, 精密称量, 置于100mL容量瓶中, 加水80mL, 置沸水浴上加热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。

2.5.2 沉淀粗多糖: 精密取2.5.1项下续滤液5.0mL, 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀5min后以3000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用80%乙醇(v/v)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。

2.5.3 沉淀葡聚糖: 精密取2.5.2项下终溶液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, 置沸水浴中煮沸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, 离心后弃去上清液, 反复3次操作, 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。

2.6 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, 混合均匀, 小心加入浓硫酸10.0mL, 小心混匀, 置沸水浴中煮沸2min, 冷却至室温后用分光光度计于485nm波长处,

以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿测定吸光度值。从标准曲线上查出葡聚糖含量，计算样品中粗多糖含量，同时做样品空白试验。

2.7 结果计算

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 100}{m_3 \times V_2 \times V_4 \times V_6}$$

式中：

X—样品中粗多糖含量（以葡聚糖计），mg/100g；

m_1 —样品测定液中葡聚糖的质量，mg；

m_2 —样品空白液中葡聚糖的质量，mg；

m_3 —样品质量，g；

V_1 —样品提取液总体积，mL；

V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V_3 —粗多糖溶液体积，mL；

V_4 —沉淀葡聚糖所用粗多糖溶液体积，mL；

V_5 —样品测定液总体积，mL；

V_6 —测定用样品测定液体积，mL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】
