

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20100074

三琦贝尔牌蚂蚁杞胶囊

【原料】 黑翅土白蚁、黄芪、淫羊藿、枸杞子、肉桂

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经酶解（木瓜蛋白酶，6h，42~45℃，pH值6.0左右）、提取（第一次8倍量水煎煮2h，第二次6倍量水煎煮1.5h）、过滤、浓缩、混合、浓缩、喷雾干燥（进口温度169~171℃，出口温度79~81℃）、制粒、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，瓶盖应符合YBB00212004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 | 内容物呈褐色 |
| 滋味、气味 | 具中药特有的香气味，无异味 |
| 性状 | 硬胶囊，内容物为颗粒 |
| 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 |
|----------------|-----------|-------------|
| 蚁酸, mg/100g | 42.1~49.2 | 1 蚁酸的测定 |
| 蛋白质, g/100g | ≥20.0 | GB 5009.5 |
| 水分, g/100g | ≤8.0 | GB 5009.3 |
| 灰分, g/100g | ≤10.0 | GB 5009.4 |
| 崩解时限, min | ≤30.0 | 《中华人民共和国药典》 |
| 铅（以Pb计）, mg/kg | ≤1.5 | 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 |
| 锰(以MN计), mg/kg | 187.5~31 2.5 | GB/T 5009.90 |
| 六六六, mg/kg | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |
| 滴滴涕, m/kg | ≤0.2 | GB/T 5009.19 |

1 蚁酸的测定

1.1 仪器：高效离子色谱（HIC）系统包括：Millennium 32色谱工作站（Waters）、515泵（Waters）、柱恒温箱（Waters）、IC-A1不锈钢柱（Shimadzu）、CDD-6A电导检测器（Shimadzu）。

1.2 试剂

高效液相色谱测定用试剂为色谱纯，其它试剂为分析纯，水为重蒸馏水。

1.2.1 甲酸钠对照品：购于中国食品药品检定研究院。

1.3 色谱条件

1.3.1 流动相：2.0mmol/L苯甲酸溶液。

1.3.2 流速：100mL/min。

1.3.3 柱温：40℃。

1.3.4 进样量：10μL。

1.4 标准溶液的配制：精密称取干燥至恒重的甲酸钠标准品，分别配制成下列浓度的标准使用溶液0.16、0.32、0.48、0.64mg/mL，备用。

1.5 样品处理：精密称取样品1.0g，置于具塞刻度试管中，用蒸馏水定容至10mL，充分振匀，于超声波水浴20min，过0.45μm水系滤膜后，备用。

1.6 色谱分离条件的选择：对于HIC中弱保留有机酸的分离，常采用邻苯二甲酸溶液作为流动相，我们考察该流动相对蚁酸实际样品的分离特性，采用了四种流动相溶液，分别为：2.0mmol/L邻苯二甲酸溶液、0.50mmol/L邻苯二甲酸溶液、0.25mmol/L邻苯二甲酸溶液、2.0mmol/L苯甲酸溶液。我们比较发现，结果以2.0mmol/L苯甲酸溶液作为流动相，流速100mL/min，柱温40℃，进样量10μL为好。

1.7 测定：以2.0mmol/L苯甲酸溶液为流动相，每种标准溶液进样3次，取峰面积平均值，得出峰面积对标准溶液的回归方程： $Y=1192241 X+10710$ ，在0.1~10mg/mL范围内呈良好线性，相关系数 $r=0.998$ 。将待测样品按上述方法以保留时间定性，峰面积定量，测定样品的蚁酸。

【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 | 不得检出 | GB 4789.10 |
| 沙门氏菌 | 不得检出 | 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 |
|-----|-----|------|
| | | |

| | | |
|-----------------------|-------|-----------|
| 总皂苷（以人参皂苷Re计），mg/100g | ≥792 | 1 总皂苷的测定 |
| 淫羊藿苷，mg/100g | ≥41.2 | 2 淫羊藿苷的测定 |

1 总皂苷的测定

1.1 仪器

1.1.1 分析天平。

1.1.2 紫外/可见分光光度计。

1.2 试样处理：称取1.0g左右的蚂蚁胶囊，精密称定，放入到100mL容量瓶中，加适量水，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 柱层析：在层析管内装3cm大孔吸附树脂，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，精密加入1.0mL已处理试样溶液，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。

1.4 显色：在上述已挥干的蒸发皿中精确加入0.2mL5%的香草醛冰醋酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，摇匀后移入具塞试管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，精密加入5mL冰醋酸，摇匀后，以1cm比色皿于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

1.5 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）0.1mL放在低于60℃水浴上挥干，以下操作从“柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

1.6 结果计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times 100}{A_2 \times M}$$

$$X_{\text{平均}} = (X_1 + X_2) / 2$$

$$\text{相对平均偏差} = (|X_1 - X_{\text{平均}}| + |X_2 - X_{\text{平均}}|) / 2X_{\text{平均}} \times 100\%$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），mg/100g，

X₁、X₂—分别为样1样2中的总皂苷含量；

V—试样稀释体积，mL；

A₁—试样溶液吸光度值；

A₂—标准溶液吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，mg；

M—样品重量（按干燥品计算），g。

2 淫羊藿苷的测定

2.1 仪器

2.1.1 高效液相色谱仪：water510型，附1525高压恒流泵，1500柱温控制器，2487紫外双波长检测器，Breeze色谱管理系统，77251进样器（带20μl定量杯）。

2.1.2 超声波发生器：250W，26.5kHz。

2.2 试剂

液相测定用试剂为色谱纯，其它试剂为分析纯，水为重蒸馏水。

2.2.1 淫羊藿苷对照品：购于中国食品药品检定研究院。

2.2.2 对照品溶液：精密称取干燥至恒重的淫羊藿苷对照品2.5mg，置于25mL容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，混匀，即得。该溶液每毫升含淫羊藿苷0.1mg。

2.2.3 供试品溶液：精密称取本品5g，置于100mL容量瓶中，加纯化水溶解，超声波处理30min，用甲醇稀释至刻度，离心，过0.45μm滤膜，备用。

2.3 色谱条件

2.3.1 流动相：甲醇-水=55:45。

2.3.2 流速：1mL/min。

2.3.3 柱温：40℃。

2.3.4 检测波长：270nm。

2.4 测定：按《中华人民共和国药典》（2015年版）一部附录VID“高效液相色谱法”规定的方法，分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

2.5 结果计算

$$X = \frac{H_1 \times C \times V \times 2.5 \times 100}{H_2 \times M}$$

式中：

X—样品中淫羊藿苷的含量，mg/100g；

H₁—试样峰面积；

C—对照品溶液的浓度，mg/mL；

V—试样定容体积，mL；

H₂—对照品溶液峰面积；

M—样品重量，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. 黑翅土白蚁：应符合《江西省中药材标准》（2014年版）的规定。

2. 黄芪、淫羊藿、枸杞子、肉桂：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
