

附2

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20170026

邦成牌油菜花粉蝙蝠蛾拟青霉菌胶囊

【原料】 油菜花粉、蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉

【辅料】 二氧化硅

【生产工艺】 本品经粉碎、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】 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 | 内容物呈黄色 |
| 滋味、气味 | 味甜微腥，有特殊香气 |
| 状态 | 硬胶囊，外壁光洁；内容物为细粉；无正常视力可见外来异物 |

【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 | ≤30.0 | 《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 |
|--------------------|-------|----------|
| 腺苷, mg/100g | ≥44.8 | 1 腺苷的测定 |
| 总黄酮（以芦丁计）, mg/100g | ≥220 | 2 总黄酮的测定 |

1 腺苷的测定

1.1 试剂

1.1.1 腺苷对照品：含量测定用，购自中国食品药品检定研究院。

1.1.2 甲醇：色谱纯。

1.1.3 磷酸：分析纯。

1.1.4 纯化水。

1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪：附化学工作站。

1.2.2 超声波清洗仪。

1.2.3 电子天平。

1.3 色谱条件

1.3.1 色谱柱填充剂：十八烷基硅烷键合硅胶。

1.3.2 流动相：甲醇-水=15:85（用0.2%磷酸二氢钠溶液调PH值为6.5）。

1.3.3 检测波长：260nm。

1.3.4 理论塔板数：按腺苷峰计算应不低于1500。

1.4 对照品溶液制备：取腺苷对照品适量，加水溶解并制成约为16μg/mL的溶液，摇匀，作为对照品溶液。

1.5 试样处理：在干燥的环境下称取一定量的样品，进行分析前处理。

1.6 供试品溶液制备：取20粒以上样品内容物，混匀。精密称取约0.3g，置三角瓶中，精密加水25mL，密塞，精密称定重量，超声处理30min，再精密称定，用水补足重量，离心，取上清液，滤过，续滤液作为供试品溶液。

1.7 测定：分别精密吸取对照品溶液10μL、供试品溶液10~20μL，注入液相色谱仪，测定，即得。

1.8 结果计算

$$X = \frac{A_X \times C \times V_R \times 25}{A_R \times V_X \times W} \times 100$$

式中：

X—样品中腺苷含量，mg/100g；

A_X—供试品峰面积；

A_R—对照品峰面积；

C—对照品浓度, mg/mL;
W—取样量, g;
 V_R —对照品进样体积;
 V_X —供试品进样体积;
25—稀释倍数。

2 总黄酮的测定

2.1 试剂

- 2.1.1 聚酰胺粉。
- 2.1.2 芦丁对照品: 供含量测定用, 购自中国食品药品检定研究院。
- 2.1.3 乙醇: 分析纯。
- 2.1.4 甲醇: 分析纯。
- 2.1.5 苯: 分析纯。

2.2 仪器

- 2.2.1 紫外—可见分光光度计。
- 2.2.2 恒温水浴锅。
- 2.2.3 超声波清洗仪。
- 2.2.4 电子天平。

2.3 对照品溶液制备: 精密称取经120℃减压干燥至恒重的芦丁对照品适量, 加甲醇溶解并制成每1mL含芦丁50μg的对照品溶液。

2.4 标准曲线制备: 吸取芦丁对照品溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL, 分别置10mL容量瓶中, 各加甲醇至刻度, 摇匀, 在360nm波长处测定吸光度值, 以吸光度值为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

2.5 供试品测定: 取20粒以上样品内容物, 混匀, 精密称取约3.0g, 置具塞三角瓶中, 精密加入乙醇25mL, 密塞, 精密称定重量, 超声处理20min, 再精密称定, 用乙醇补足重量, 摇匀, 静置, 精密吸取上清液1mL, 于蒸发皿中, 加1g聚酰胺粉吸附, 于水浴上挥去乙醇, 然后转入层析柱。先用20mL苯洗, 苯液弃去, 然后用20mL甲醇洗脱, 洗脱液定容至25mL, 于360nm的波长处测定吸光度值。从标准曲线上读出供试品溶液中相当于芦丁的重量, 计算, 即得。

2.6 结果计算

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000}$$

式中:

X—样品中总黄酮含量(以芦丁计), mg/100g;
A—由标准曲线算得被测液中总黄酮量, μg;
M—试样质量, g;
 V_1 —测定用试样体积, mL;
 V_2 —试样定容总体积, mL。

【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. 油菜花粉: 应符合《浙江省中药材标准》的规定。
- 2. 蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉: 应符合WS3-C1-0001-95(Z)《发酵虫草菌粉CS-4》的规定。
- 3. 二氧化硅: 应符合GB 25576《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》的规定。
- 4. 明胶空心胶囊: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。

