国家食品药品监督管理总局

保健食品产品技术要求

BJG20141062

如新华茂牌复沛日晋胶囊

ruxinhuamaopaifupeirijin jiaonang

【配方】蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、人参提取物、石榴果汁粉(果汁粉、麦芽糊精)、微晶纤维素、硬脂酸、二氧化硅

【生产工艺】本品经过筛、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	内容物呈淡棕色至棕色
滋味、气味	具本品固有的香气，无异味
性状	硬胶囊，表面光洁，无破损、无粘连、无瘪囊、无霉变；内容物为粉末
杂质	无肉眼可见杂质

【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，%	≤7.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）二部
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

【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
人参皂苷(以Rg ₁ 、Re、Rb ₁ 、Rb ₂ 、Rc、Rd计), g/100g	≥0.26	1 人参皂苷的测定
腺苷, g/100g	≥0.10	2 腺苷的测定

1 人参皂苷的测定

1.1 原理: 人参皂苷是人参中的主要活性成分, Rg₁、Re、Rb₁、Rb₂、Rc、Rd是其中重要的六种化合物。本方法将样品以70%甲醇-水(70:30, v/v)提取样品, 使用梯度洗脱反相液相色谱进行分离, 二极管阵列检测器或紫外检测器(203nm)测定, 根据色谱峰的保留时间定性, 峰面积定量, 外标法计算结果。适用于本品中人参皂苷Rg₁、Re、Rb₁、Rb₂、Rc、Rd的同时定量分析。

1.2 试剂

1.2.1 甲醇: 色谱纯

1.2.2 乙腈: 色谱纯

1.2.3 水: 去离子水

1.2.4 人参皂苷Rg₁、Re、Rb₁、Rb₂、Rc、Rd标准品: 供含量测定用

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪: 双高压输液泵, 附二极管阵列检测器或紫外检测器。

1.3.2 超声波清洗器

1.3.3 Milli-Q plus纯水装置

1.3.4 4000r/min以上离心机

1.3.5 分析天平

1.3.6 10mL容量瓶

1.3.7 10mL、5mL移液管

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱: 反相ODS Hypersil C₁₈色谱柱, 5μm, 250×4.6mm。

1.4.2 预柱: Phenomenex Luna C18柱, 4.0×3.0mm。

1.4.3 流动相: 以乙腈-水为流动相, 按下表进行梯度洗脱。

时间, min	乙腈, %	水, %	流速, mL/min
0.0	18	82	1.0
10.0	18	82	1.0
22.0	25	75	1.0
80.0	35	65	1.0
80.5	100	0	1.0
89.5	100	0	1.0
90.0	18	82	1.0

1.4.4 检测波长：203nm

1.4.5 柱温：25℃

1.4.6 记录时间：90min；延迟时间：8min

1.5 标准储备液的配制：准确称取Rg₁约4.0mg、Re约7.0mg、Rb₁约16.0mg、Rb₂和Rc各约10.0mg、Rd约7.0mg，置于同一10mL容量瓶中，以70%甲醇超声溶解并定容，作为储备液。

1.6 标准工作液的配制：分别吸取标准储备液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL，置于5个10mL容量瓶中，加70%甲醇稀释并定容至刻度，混匀。

1.7 样品处理：取20粒胶囊内容物，研磨混合均匀。精密称取胶囊内容物2500mg于离心管中，精密加入10mL70%甲醇，密封，溶解，混合均匀，超声60min并不断振摇，放置至室温后，以5000r/min离心5min，过滤，弃去初滤液，取续滤液20μL进样。

1.8 标准曲线的制备：分别取五个不同浓度的标准溶液各20 μL进行HPLC分析，以标准溶液峰的保留时间进行定性，用峰面积对进样量绘制标准曲线。

1.9 样品测定：取20μL制备好的样品进行HPLC分析，以标准溶液峰的保留时间进行定性，峰面积定量，外标法计算。

1.10 结果计算

$$X' = A \times C_s \times V \times 100 / (A_s \times m)$$

$$X = X_{Rg1} + X_{Re} + X_{Rb1} + X_{Rb2} + X_{Rc} + X_{Rd}$$

式中：

X—样品中人参皂苷的含量（以Rg₁、Re、Rb₁、Rb₂、Rc、Rd计），g/100g；

X'—样品中各组分的含量，g/100g；

A—样品中各组分的峰面积；

C_s—标准溶液中相应组分的浓度，mg/mL；

A_s—标准溶液中相应组分的峰面积；

V—样品定容的体积，mL；

m—样品质量，mg。

2 腺苷的测定

2.1 原理：腺苷是一类从虫草中分离提取的主要活性成分。本方法将试样以90%甲醇-水（90:10，v/v）超声提取后进行液相色谱分析，二极管阵列检测器或紫外检测器（260nm）测定，峰面积定量，外标法计算结果。

2.2 试剂

2.2.1 甲醇：色谱纯

2.2.2 去离子水

2.2.3 磷酸二氢钠：分析纯

2.2.4 磷酸氢二钠：分析纯

2.2.5 磷酸盐缓冲溶液（pH6.5）：取0.01mol/L磷酸二氢钠68.5mL与0.01mol/L磷酸氢二钠31.5mL混合。

2.2.6 腺苷对照品：含量>98%（HPLC）

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪：双高压输液泵，附二极管阵列检测器或紫外检测器。

2.3.2 超声波清洗器

2.3.3 Milli-Q plus纯水装置

2.4 色谱条件

2.4.1 色谱柱：反相ODS C₁₈ 色谱柱，5μm，150×4.6mm。

2.4.2 预柱：Phenomenex Luna C18柱，4.0×3.0mm。

2.4.3 流动相：甲醇-磷酸盐缓冲溶液（pH6.5）=15:85

2.4.4 柱温：35℃

2.4.5 检测波长：260nm

2.4.6 记录时间：8min

2.5 对照品储备液的配制：准确称取腺苷对照品约10.0mg，用90%的甲醇溶液溶解并定容至50mL

容量瓶中，混合均匀。精密吸取该溶液5mL，用90%甲醇溶解并定容至25mL容量瓶中，该储备液浓度为0.04mg/mL。

2.6 标准工作液的配制：分别吸取对照品储备液1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、4.0mL，置于6个10mL容量瓶中，加90%甲醇稀释并定容至刻度，混匀。

2.7 样品处理：取20粒胶囊内容物，研磨混合均匀。精密称取胶囊内容物200mg于25mL容量瓶中，加入20mL90%的甲醇溶液，涡旋使混合均匀，超声20min，放置至室温后，用90%甲醇定容至刻度，过滤，弃去初滤液，取续滤液5 μ L进样。

2.8 标准曲线的制备：分别取五个不同浓度的标准溶液各5 μ L进行HPLC分析，以标准溶液峰的保留时间进行定性，用峰面积对进样量绘制标准曲线。

2.9 样品测定：取5 μ L制备好的样品进行HPLC分析，以标准溶液峰的保留时间进行定性，峰面积定量，外标法计算。

2.10 结果计算

$$X = A \times C_s \times V \times 100 / (A_s \times m)$$

式中：

X—样品中腺苷的含量，g/100g；

A—样品中腺苷的峰面积；

C_s—标准溶液中腺苷的浓度，mg/mL；

A_s—标准溶液中腺苷的峰面积；

V—样品定容的体积，mL；

m—样品质量，mg。

【保健功能】 缓解体力疲劳

【适宜人群】 易疲劳者

【不适宜人群】 少年儿童、孕妇、乳母

【食用方法及食用量】 每日2次，每次3粒，口服

【规格】 0.50g/粒

【贮藏】 阴凉干燥处存放

【保质期】 24个月