

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060736

深奥牌青秀胶囊

【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、辐照灭菌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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品固有的气味，无其它异味
性状	硬胶囊，完整，无破损；内容物为粉末状
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，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤30	《中华人民共和国药典》（2010年版）
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	≤0.01	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.01	GB/T 5009.19
展青霉素，μg/kg	≤5	GB 14974

【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	≤30	GB/T 4789.3-2003
霉菌，cfu/g	≤10	GB 4789.15
酵母，cfu/g	≤10	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
L-肉碱，g/100g	≥0.68	1 L-肉碱的测定
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），g/100g	0.04~0.065	2 总蒽醌的测定

1 L-肉碱的测定

1.1 原理：样品经超声提取后，将样品溶液注入高效液相色谱仪中，根据高效液相色谱紫外检测器外标法定性定量检测。

1.2 试剂

1.2.1 乙腈：色谱纯

1.2.2 盐酸：分析纯

1.2.3 三氟乙酸：分析纯

1.2.4 N,N-二甲基甲酰胺：分析纯

1.2.5 L-肉碱标准溶液：准确称量L-肉碱标准品0.0100g，加乙腈-1mmol/L盐酸（5:95）定容至100.0mL，此溶液每毫升含L-肉碱（纯度>98%）10μg。

1.3 仪器

1.3.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器(UV)

1.3.2 超声波清洗器

1.3.3 离心机

1.4 样品处理：取样品内容物约1.2g，置100mL容量瓶中，加10mL三氟乙酸-N,N-二甲基甲酰胺（2:98），65℃水浴超声提取15min，冷却至室温，用乙腈-1mmol/L盐酸（5:95）稀释至刻度，混匀，放置10min，以3000r/min离心3min，0.45μm滤膜滤过。

1.5 色谱条件

1.5.1 色谱柱：C18，4.6×250mm。

1.5.2 流动相：流动相A为0.1%（v/v）三氟乙酸，流动相B为乙腈-水-三氟乙酸（60:40:0.07），流动相C为甲醇。按下表进行洗脱：

时间, min	A, %	B, %	C, %	流速, mL/min
0	100	0	0	0.6
10	50	50	0	0.6
11	90	0	10	1.2
25	90	0	10	1.2
26	0	0	100	1.2
46	0	0	100	1.2
47	50	50	0	0.6
55	100	0	0	0.6
65	100	0	0	0.6

1.5.3 检测波长：215nm

1.5.4 柱温：25℃

1.5.5 进样量：10μL

1.6 测定：量取10μL标准溶液及试样溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，以样品峰高或峰面积与标准比较定量。

1.7 结果计算

$$X = \frac{h_1 \times C \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—样品中L-肉碱的含量，mg/g；

h_1 —样品峰高或峰面积；

C—标准溶液浓度，μg/mL；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—样品称取量，g。

2 总蒽醌的测定

2.1 仪器

2.1.1 分析天平（感量0.00001g）

2.1.2 721型分光光度计

2.1.3 水浴锅

2.1.4 刻度吸管

2.2 试剂

2.2.1 5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液：10%氢氧化钠溶液与4%氢氧化铵溶液等量混合。

2.2.2 标准品溶液：精密称取25mg 1,8-二羟基蒽醌对照品（纯度>98%），置于200mL容量瓶中，用乙醚溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。

2.2.3 氯仿

2.2.4 乙醚

2.2.5 5N硫酸

2.2.6 蒸馏水

2.3 标准曲线的绘制：精密量取上述标准溶液1、2、3、4、5mL，分别置于25mL容量瓶中，在水浴上挥净乙醚，放凉，分别加5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液至刻度，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液为空白对照，于490nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，用回归法求标准曲线方程。

2.4 供试品溶液的制备及样品测定：取样品50粒，倾出内容物，精密称定供试品内容物3g于250mL烧瓶中，加5N硫酸45mL，直火加热水解2h，加入氯仿40mL，萃取3次（40、30、30mL），萃取液用蒸馏水洗涤2次（20、20mL），再用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱液振摇萃取4次（30、20、20、20mL），合并萃取液，用氯仿洗涤数次至氯仿层无色，弃去氯仿层，用5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液定容至100mL，摇匀，以5%氢氧化钠-2%氢氧化铵混合碱溶液为空白对照，于490nm波长处，以1cm比色杯测定吸光度值，由线性方程计算即得供试品溶液的浓度。

2.5 结果计算

$$C_1 \times 5\text{mL} \times 100\text{mL}$$
$$C_2 = \frac{\quad}{m \times 10}$$

$$C = C_2 \times 1 \times 100$$

式中：

C—1kg分析样品中蒽醌含量，g；

C₂—100mg分析样品中蒽醌含量，μg；

C₁—由回归方程计算所得5mL容量瓶中蒽醌的浓度，μg/mL；

m—所用分析样品的重量，g。

【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】

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改