

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20130703

天美健牌纳豆红曲大豆磷脂胶囊

- 【原料】 纳豆、大豆磷脂、红曲
- 【辅料】 硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、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】 高密度聚乙烯瓶应符合GB 4806.7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	内容物呈棕色，颜色均匀一致
滋味、气味	具纳豆特有的滋味和气味
状态	硬胶囊，表面光滑，无破损；内容物为粉状；无正常视力可见外来异物

【鉴别】 取装量差异指标项下的本品内容物，研细，取约1.3g精密标定，加75%乙醇10mL，称定重量，超声（40Hz）处理1.5h，冷却，再称定重量，用75%乙醇补足减失的重量，摇匀，离心（4000r/min，5min），获得上清液。精密量取3mL上清液，用中性氧化铝（200～300目，4g，内径为0.9cm）吸附，并用甲醇洗脱，收集洗脱液，置25mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度线，摇匀，过滤，取续滤液为供试品溶液。取该溶液2mL，置10mL容量瓶中，加甲醇至刻度线，摇匀。通过紫外-可见分光光度法测定，在230nm、237nm与246nm的波长处有最大吸收。

【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	≤8.0	GB 5009.3
灰分，g/100g	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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

六六六, mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤5	GB 5009.22
桔青霉素, μg/kg	≤50	GB 5009.222

【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
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
磷脂酰胆碱, g/100g	≥2.2	1 磷脂酰胆碱的测定
洛伐他汀, g/100g	≥0.13	2 洛伐他汀的测定

1 磷脂酰胆碱的测定

1.1 原理：将混匀的供试样品使用无水乙醇提取，以磷脂酰胆碱为对照，用高效液相色谱法定量。

1.2 试剂

1.2.1 水：双蒸水或超纯水，双蒸水使用前需经0.45μm水性滤膜过滤并超声脱气。

1.2.2 甲醇：优级纯或色谱纯。

1.2.3 乙腈：优级纯或色谱纯。

1.2.4 无水乙醇：分析纯。

1.2.5 磷脂酰胆碱标准溶液：取磷脂酰胆碱对照品（购自Sigma公司，纯度>98%）60mg，精密称定，加入无水乙醇制成浓度为600μg/mL的标准溶液。

1.3 仪器

1.3.1 岛津LC-10AD高效液相色谱仪：附岛津SPD-10A紫外检测器。

1.3.2 KQ3200B型超声波振荡仪。

1.3.3 Milli-Q纯水系统。

1.4 色谱条件

1.4.1 色谱柱：Kromasil NH₂柱，4.6mm×150mm，5μm。

1.4.2 流动相：甲醇-乙腈-水=50:150:2。

1.4.3 检测波长：206nm。

1.4.4 柱温：25℃。

1.4.5 流速：1.0mL/min。

1.4.6 进样量：20μL。

1.5 试样处理：取样品约1g，精密称定，置100mL容量瓶中，加入无水乙醇适量，超声振荡30min，冷却，加无水乙醇定容至刻度，摇匀，经0.45μm有机滤膜过滤后，作为供试样品溶液。

1.6 标准溶液的制备：分别制备浓度为60.0、120.0、240.0、360.0、480.0、600.0μg/mL磷脂酰胆碱标准溶液，在1.4项色谱条件下进行液相色谱分析，以峰面积响应值对浓度作为标准曲线。

1.7 测定：取标准溶液及供试样品溶液各20μL，注入液相色谱仪，以供试样品溶液的峰面积响应值与标准溶液的峰面积响应值比较定量。

1.8 结果计算

$$X = \frac{C_{\text{供试品}} \times V}{1000 \times W_{\text{供试品}}}$$

式中：

X—样品中磷脂酰胆碱的含量，mg/g；

C_{供试品}—供试品溶液中磷脂酰胆碱的浓度，μg/mL；

V—定容体积，mL；

W_{供试品}—样品称取量，g。

2 洛伐他丁的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版））

2.1 范围

本方法规定了保健食品中洛伐他丁含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他丁作为功效成分添加于片剂、胶囊以及红曲发酵原料等试样类型中含量的测定。

本方法的最低检出量2.0mg/kg。

本方法的最佳线性范围2.00~300μg/mL。

2.2 原理：将酸性介质中的试样使用三氯甲烷进行提取，挥干提取溶剂，以流动相定容，根据高效液相色谱紫外检测器在238nm处的响应进行定性定量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 三氯甲烷：分析纯。

2.3.3 磷酸：分析纯。

2.3.4 洛伐他丁标准储备液：准确称量洛伐他丁标准品0.0400g，加入检测用流动相并定容至100mL。此溶液每1mL含0.4mg洛伐他丁。

2.3.5 洛伐他丁标准使用液：将洛伐他丁标准储备溶液用流动相稀释10倍。此溶液每1mL含40μg洛伐他丁。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

2.4.2 超声波清洗器。

2.4.3 涡旋混匀器。

2.4.4 离心机。

2.4.5 真空泵。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：将片剂、胶囊或红曲发酵产物试样粉碎并混合均匀，根据试样中洛伐他丁含量准确称取一定量试样于50mL试管中，加入10.0mL pH=3磷酸水溶液。超声提取10min后再加入10.0mL三氯甲烷，置于涡旋混匀器3min。静置后去掉上层水相，将三氯甲烷层以3000rpm/min离心3min。准确吸取上清液1.0mL至5mL试管中，将试管置于50℃左右水浴中使用真空泵减压干燥至挥去全部溶剂。向试管中加入流动相并定容至5.0mL，彻底混匀，经0.45μm滤膜过滤后待进样。

2.5.2 液相色谱参考条件

2.5.2.1 色谱柱：C₁₈柱，4.6×250mm。

2.5.2.2 柱温：室温。

2.5.2.3 紫外检测器：检测波长238nm。

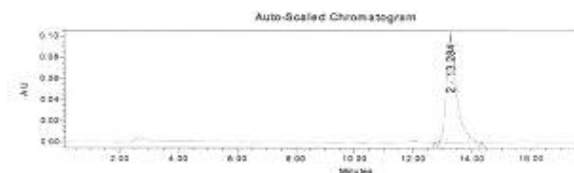
2.5.2.4 流动相：甲醇：水：磷酸=385：115：0.14。

2.5.2.5 流速：1.0mL/min。

2.5.2.6 进样量：10μL。

2.5.2.7 色谱分析：量取10μL标准溶液系列及试样溶液注入色谱仪中，以保留时间定性，以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

2.5.2.8 谱图



色谱图中洛伐他丁浓度为25μg/mL

2.5.3 标准曲线制备：配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他丁标准溶液，在给定的仪器条件下进行液相色谱分析，以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

2.5.4 分析结果表示

2.5.4.1 计算

$$X = \frac{h_1 \times c \times 50 \times 100}{h_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X—试样中洛伐他丁的含量，g/100g；

h_1 —试样峰高或峰面积；

c—标准溶液浓度，mg/mL；

50—试样稀释倍数；

h_2 —标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，g。

2.5.4.2 结果表示：检测结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数

2.6.1 准确度：方法的回收率在93.3%~108.4%之间。

2.6.2 允许差：平行样测定相对误差≤±5%。

【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. 纳豆

项 目	指 标
来源	大豆
制法	经浸泡、蒸煮、接种枯草芽孢杆菌（37±2℃，24 h）、冷冻干燥（-34±2℃）、粉碎、过筛制成
性状	呈咖啡色，色泽均匀；呈粉状至细颗粒状，具有纳豆特有的气味、无异味
蛋白质，g/100g	≥15.0
水分，g/100g	≤8.0
灰分，g/100g	≤8.0
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5
总砷（以As计），mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.3
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤5
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50

沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

- 2. 大豆磷脂：符合GB 1886.238《食品安全国家标准 食品添加剂 改性大豆磷脂》的规定。
 - 3. 红曲：符合GB 1886.19《食品安全国家标准 食品添加剂 红曲米》的规定。
 - 4. 硬脂酸镁：符合GB 1886.91《食品安全国家标准 食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。
 - 5. 明胶空心胶囊：符合《中华人民共和国药典》的规定。
-