

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G20220084

盛力源牌银杏叶绞股蓝红曲胶囊

【原料】银杏叶提取物（经辐照）、红曲粉（经辐照）、山楂提取物（经辐照）、泽泻提取物（经辐照）、绞股蓝提取物（经辐照）

【辅料】玉米淀粉、硬脂酸镁

【生产工艺】本品经辐照灭菌（红曲粉， ^{60}Co ，6kGy）、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】

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	内容物呈红棕色
滋味、气味	具有本品应有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁；内容物为粉末
杂质	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
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	≤ 0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤ 0.1	GB/T 5009.19
水分，%	≤ 9	GB 5009.3
灰分，%	≤ 8.5	GB 5009.4

崩解时限, min	≤60	《中华人民共和国药典》
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	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
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
沙门氏菌	≤0/25g	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	≤0/25g	GB 4789.10

【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
总黄酮（以芦丁计）, g/100g	≥2.6	1 总黄酮的测定
洛伐他汀, g/100g	0.09-0.35	2 洛伐他汀的测定

1 总黄酮的测定

1.1 试剂

1.1.1 聚酰胺粉

1.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50μg/mL。

1.1.3 乙醇：分析纯。

1.1.4 甲醇：分析纯。

1.2 分析步骤

1.2.1 试样处理：称取一定量的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，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，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

1.3 计算和结果表示：

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

式中：

X—试样中总黄酮的含量，mg/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量，μg；

M—试样质量，g；

V₁—测定用试样体积，mL；

V₂—试样定容总体积，mL。

2 洛伐他汀的测定

2.1 范围

本方法规定了保健食品中洛伐他汀含量的测定方法。

本方法适用于洛伐他汀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 洛伐他汀标准储备液：准确称量洛伐他汀标准品0.0400g，加入检测用流动相并定容至100mL。此溶液每1mL含0.4mg洛伐他汀。

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

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：将胶囊内容物粉末混合均匀，根据试样中洛伐他汀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3000r/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。

2.5.3 标准曲线制备：配制浓度为2.0、10、50、100、300μg/mL洛伐他汀标准溶液，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—试样中洛伐他汀的含量，g/100g；

h₁—试样峰高或峰面积；

c—标准溶液浓度，mg/mL；

50—试样稀释倍数；

h₂—标准溶液峰高或峰面积；

m—试样量，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. 银杏叶提取物（经辐照）

项目	指标要求
来源	银杏科植物银杏 <i>Ginkgo biloba</i> L. 的干燥叶
制法	经粉碎、提取（14倍量60%乙醇回流提取2次，分别3h、2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150-170℃，出风温度75-85℃）、粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co, 6kGy）等主要工艺制成
得率, %	约6.7
感官要求	浅褐色粉末
粒度	80目
总黄酮醇苷, %	10.0-25.0
萜类内酯, %	2.5-6.5
总银杏酸, mg/kg	≤10
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤5.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2.0
总砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
游离槲皮素, mg/g	≤10
游离山柰素, mg/g	≤10
游离异鼠李素, mg/g	≤4
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
乙醇残留, %	≤0.5

2. 红曲粉（经辐照）：应符合QB/T 2847《功能性红曲米（粉）》的规定。

3. 山楂提取物（经辐照）

项目	指标
来源	蔷薇科植物山里红 <i>Crataegus pinnatifida</i> Bge. var. <i>major</i> N. E. Br. 或 <i>Crataegus pinnatifida</i> Bge. 的干燥成熟果实
制法	经粉碎、提取（8倍量60%乙醇回流提取3次，每次2h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150-170℃，出风温度75-85℃）、粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co, 6kGy）等主要工艺制成
得率, %	约12.5
黄酮, %	>10
感官要求	浅红色粉末
粒度	80目
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2.0
总砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	不得检出
滴滴涕, mg/kg	不得检出
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50

大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

4. 泽泻提取物（经辐照）

项 目	指 标
来源	泽泻科植物泽泻 <i>Alisma orientale</i> (Sam.) Juzep. 的干燥块茎
制法	经粉碎、提取（6倍量水煎煮3次，每次1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150-170℃，出风温度75-85℃）、粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co, 6kGy）等主要工艺制成
得率, %	约12.5
感官要求	浅黄色粉末
粒度	80目
多糖, %	>2
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2.0
总砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	不得检出
滴滴涕, mg/kg	不得检出
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

5. 绞股蓝提取物（经辐照）

项 目	标 准
来源	葫芦科植物绞股蓝 <i>Gynostemma pentaphyllum</i> (Thunb.) Makino 的干燥全草
制法	经粉碎、提取（6倍量70%乙醇回流提取2次，分别1h）、浓缩、喷雾干燥（进风温度150-170℃，出风温度75-85℃）、粉碎、过筛、包装、辐照灭菌（ ⁶⁰ Co, 6kGy）等主要工艺制成
得率, %	约5
感官要求	浅黄色粉末
皂苷, %	>20
粒度	80目
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
铅（以Pb计）, mg/kg	≤2.0
总砷（以As计）, mg/kg	≤1.0
总汞（以Hg计）, mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	不得检出
滴滴涕, mg/kg	不得检出
菌落总数, CFU/g	≤30000
霉菌和酵母, CFU/g	≤50
大肠菌群, MPN/g	≤0.92
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

6. 玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。