

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200109

富莱欣牌银杏叶黄芪提取物软胶囊

- 【原料】 银杏叶提取物 、黄芪提取物
- 【辅料】 大豆油、蜂蜡、明胶、纯化水、甘油、二氧化钛、可可壳色
- 【生产工艺】 本品经混合、均质、压丸、干燥、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】 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	囊皮呈灰褐色，内容物呈棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，表面光滑，无破损；内容物为混悬油状物
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
灰分，%	≤5.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mg/g	≤3.0	1 酸价的测定
过氧化值，%	≤0.25	GB 5009.227

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	≤0.05	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.05	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ ，μg/kg	≤10	GB 5009.22

1 **酸价的测定**：按GB 5009.229规定的方法测定。当加入乙醚-乙醇混合液后有不溶性残渣的样品，应先用100mL石油醚浸泡过夜，过滤，残渣用石油醚洗涤，收集石油醚液，挥干石油醚，得油脂。再称取油脂，按GB 5009.229规定的方法测定，同时，加入酚酞指示剂后，应加饱和氯化钠20mL。

【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
粗多糖（以葡萄糖计），g/100g	≥3.6	1 粗多糖的测定
总黄酮（以槲皮素、山奈素和异鼠李素总量计），g/100g	≥1.44	2 总黄酮的测定

1 粗多糖的测定

1.1 原理：胶囊样品经混合均匀后，用乙醇沉淀，沉淀多糖用稀硫酸溶解后与苯酚-硫酸于沸水浴中形成黄色化合物，其颜色深浅与溶液中糖的含量成正比，在485nm波长下比色定量。

1.2 试剂

1.2.1 D-无水葡萄糖对照品（中国食品药品检定研究院，供含量测定用）

1.2.2 硫酸：分析纯。

1.2.3 无水乙醇：分析纯。

- 1.2.4 苯酚：分析纯。
- 1.2.5 糖化酶（葡萄糖苷酶）。
- 1.2.6 0.2mol/L磷酸盐缓冲液（pH6.5）：取31.5mL（0.2mol/L）磷酸氢二钠与68.5mL（0.2mol/L）磷酸二氢钠混合均匀即得。
- 1.3 仪器
- 1.3.1 紫外分光光度计。
- 1.3.2 电子分析天平。
- 1.3.3 超声波清洗器。
- 1.3.4 离心机。
- 1.3.5 水浴锅。
- 1.4 测定步骤
- 1.4.1 硫酸溶液（2mol/L）配制：取112mL硫酸在搅拌状态下缓慢加入到800mL水中，混匀，冷却后用水稀释至1000mL，即得。
- 1.4.2 苯酚溶液（50g/L）配制：称取精制苯酚5.0g，加水溶解并定容至100mL，混匀，即得。
- 1.4.3 80%（V/V）乙醇配制：取无水乙醇80mL，加水定容至100mL，混匀。
- 1.4.4 葡萄糖对照品溶液制备：精密称取干燥至恒重的葡萄糖对照品0.01g，加水溶解并定容至100mL，混匀，即得0.1mg/mL的葡萄糖对照品溶液。
- 1.4.5 标准曲线的制作：精密量取无水葡萄糖对照品溶液0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.4mL分别置于25mL比色管中，准确补充水至2.0mL，加入50g/L苯酚溶液1.0mL，混匀；继续加入浓硫酸10.0mL后小心混匀，置沸水浴中煮沸15min，冷却后用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比，1cm比色皿中测定吸光度值。以无水葡萄糖质量为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。
- 1.4.6 供试品溶液的制备：取混合均匀的本品内容物1.0g精密称定，置于150mL三角瓶中（加入玻璃珠数粒），加水50mL，超声提取1h，冷却至室温，加磷酸盐缓冲液0.5mL，加入糖化酶1mL，置60℃水浴锅中酶解60min后取出，小心加热至沸（灭酶），冷却后转移至100mL容量瓶中，洗涤三角瓶数次，补加水至刻度，混匀后，过滤，弃去初滤液，收集余下溶液供沉淀粗多糖。
- 1.4.7 沉淀多糖：精密量取上述滤液5mL，置于离心管中，加入无水乙醇20mL，混匀，于4℃冰箱静置2h以上，以4000r/min离心10min，弃去上清液。残渣用80%（V/V）乙醇溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作2次。沉淀以2mol/L的硫酸5mL溶解，转移到50mL容量瓶中，再用于溶解并定容至刻度，摇匀，即得供试品溶液。
- 1.4.8 供试品溶液的测定：准确量取供试品溶液2.0mL，按标准曲线的制作步骤于485nm处测定吸光度，根据标准曲线求得多糖浓度。
- 1.5 结果计算

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 100$$

式中：

- X—多糖含量（以葡萄糖计），mg/100g；
- m_1 —由标准曲线求得被测溶液中多糖质量，mg；
- m_2 —样品取样量，g；
- V_1 —样品提取液总体积，mL；
- V_2 —沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；
- V_3 —粗多糖溶液体积，mL；
- V_4 —测定用样品液体积，mL。

2 总黄酮的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“保健食品中槲皮素、山柰素、异鼠李素的高效液相色谱测定”）

2.1 范围

本方法规定了以银杏叶或银杏叶提取物为主要原料生产的保健食品中槲皮素、山柰素、异鼠李素含量的HPLC测定方法。

本方法适用于以银杏叶或银杏叶提取物为主要原料生产的保健食品中槲皮素、山柰素、异鼠李素含量的HPLC测定方法。

本方法的检测限分别为：槲皮素0.002μg、山柰素0.003μg、异鼠李素0.005μg。

本方法的最佳线性范围为0.1~1.0μg。

2.2 原理：试样经提取、水解等前处理后，使用等度洗脱反相高效液相色谱进行分离，紫外检测器（UV）检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量，测定试样中槲皮素、山柰素、异鼠李素含量。

2.3 试剂

实验用水为去离子水。

2.3.1 甲醇：色谱纯。

2.3.2 高效液相色谱流动相：甲醇+水（50+50）（以磷酸调节pH=2.5）。

2.3.3 槲皮素、山柰素、异鼠李素标准品：含量大于98%（HPLC）。

2.3.4 槲皮素、山柰素、异鼠李素标准溶液的配制：分别准确称取100mg槲皮素、山柰素、异鼠李素标准品于100mL容量瓶中，加入甲醇溶解后，定容至刻度，此溶液浓度为1.0mg/mL，将该液稀释成10~100mg/L的标准系列溶液。

2.4 仪器设备

2.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

2.4.2 水浴锅。

2.4.3 超声波清洗器。

2.4.4 离心机。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样处理：取试样适量，用20mL甲醇于超声波浴中提取30min，过滤后滤液加入20mL 1.5mol/L盐酸于水浴上回流水解3h，冷却后用甲醇定容至50mL，该样液过0.5μm膜，滤液进HPLC分析。

2.5.2 测定

2.5.2.1 液相色谱参考条件。

2.5.2.1.1 色谱柱：反相C₁₈柱，5μm，100Å，3.9mm ID×150mm。

2.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长360nm。

2.5.2.1.3 流速：1.0mL/min。

2.5.2.1.4 柱温：室温。

2.5.3.1 色谱分析：取10μL标准溶液及试样提取液进高效液相色谱分析，以保留时间定性，用峰面积以外标法定量计算试样中槲皮素、山柰素、异鼠李素的含量。

2.6 分析结果的表述

2.6.1 计算

试样中槲皮素、山柰素、异鼠李素的总含量：

$$X\% = Q\% + K\% + I\%$$

式中：

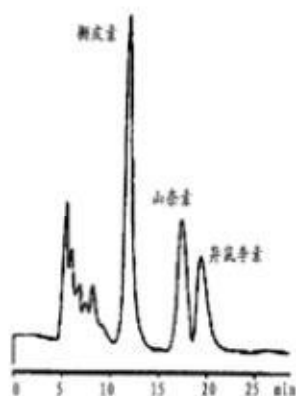
Q%—试样中槲皮素含量；

K%—试样中山柰素含量；

I%—试样中异鼠李素含量。

2.6.2 结果表示：分析结果保留三位有效数字。

2.7 色谱图



【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

项 目	指 标
来源	银杏叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（8倍量70%乙醇回流（75～85℃）提取2次，每次2h）、真空浓缩、萃取（1倍量乙酸乙酯萃取3次，分层液：乙酸乙酯层）、喷雾干燥（进口温度180～205℃，出口温度90～105℃）等主要工艺制成
提取率，%	约10
感官要求	黄绿色至黄褐色粉末
总银杏酸，mg/kg	≤10
总黄酮醇苷，%	12～30
萜类内酯，%	3～12
槲皮素，mg/g	≤10
山柰素，mg/g	≤10
异鼠李素，mg/g	≤4
乙酸乙酯残留，%	≤0.02
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤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
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

沙门氏菌	≤0/25g
------	--------

2. 黄芪提取物

项 目	指 标
来源	黄芪 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（分别加10、8倍量水100℃提取2次，每次6 h）、浓缩、喷雾干燥（进风温185～215℃，出口温度90～115℃）等主要工艺制成
提取率，%	约5
感官要求	棕黄色粉末
粗多糖，%	≥30
灰分，%	≤5.0
水分，%	≤5.0
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
六六六，mg/kg	≤0.05
滴滴涕，mg/kg	≤0.05
菌落总数，CFU/g	≤30000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤50
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3. 大豆油：应符合GB/T 1535《大豆油（含第1号修改单）》的规定。

4. 蜂蜡：应符合GB 1886.87《食品安全国家标准 食品添加剂 蜂蜡》的规定。

5. 明胶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

7. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

8. 二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

9. 可可壳色：应符合GB 1886.30《食品安全国家标准 食品添加剂 可可壳色》的规定。
