

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20090304

## 美澳健牌银杏叶亚麻籽油软胶囊

【原料】 银杏叶提取物、亚麻籽油

【辅料】 明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、焦糖色、二氧化钛、胭脂红

【生产工艺】 本品经混合、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；干燥剂应符合YBB00122005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	囊皮呈棕黄色，内容物呈棕黄色，颜色均匀一致
滋味、气味	具本品特有的气味，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，%	≤1.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
酸价，mgKOH/g	≤4.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g	≤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
胭脂红，g/kg	≤0.10	GB 5009.35
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> ，μg/kg	≤5.0	GB 5009.22

【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
银杏叶总黄酮（以槲皮素、山柰素、异鼠李素计），g/100g	≥1.2	1 银杏叶总黄酮的测定
α-亚麻酸，g/100g	≥36	2 α-亚麻酸的测定

## 1 保健食品中槲皮素、山柰素、异鼠李素的测定（来源于《保健食品检验与技术评价规范》《2003版》）

### 1.1 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。

1.2 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，测定试样中貳元槲皮素、山柰素、异鼠李素含量。

### 1.3 试剂

实验用水为去离子水。

1.3.1 甲醇：色谱纯。

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

1.3.3 槲皮素、山柰素、异鼠李素标准品：含量大于98%（HPLC）。

1.3.4 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 $10 \sim 100$ mg/L的标准系列溶液。

1.4 仪器

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器。

1.4.2 水浴锅。

1.4.3 超声波清洗器。

1.4.4 离心机。

1.5 分析步骤

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

1.5.2 测定：

1.5.2.1 液相色谱参考条件

1.5.2.1.1 色谱柱：反相C<sub>18</sub>柱，5 $\mu$ m，100 $\text{\AA}$ ，3.9mm ID  $\times$  150mm

1.5.2.1.2 紫外检测器：检测波长 360nm

1.5.2.1.3 流速：1.0mL/min

1.5.2.1.4 柱温：室温

1.5.3.1 色谱分析：取10 $\mu$ L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。

1.6 分析结果的表述

1.6.1 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：

X—试样中银杏总黄酮的含量，%；

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。

1.6.2 结果表示：分析结果保留三位有效数字。

2  $\alpha$ -亚麻酸的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）“保健食品中 $\alpha$ -亚麻酸、 $\gamma$ -亚麻酸的测定”）

2.1 范围

本方法规定了保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C<sub>16</sub>~C<sub>22</sub>不饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量： $\gamma$ -亚麻酸为0.050 $\mu$ g、 $\alpha$ -亚麻酸为0.030 $\mu$ g。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

2.2 原理：将油脂试样（或试样提取的脂肪），经氢氧化钾皂化，在三氟化硼存在下甲醇酯化，然后用气相色谱仪分析，采用外标法定量。

2.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

- 2.3.1 正己烷：沸点68.7℃。
- 2.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。
- 2.3.3 三氟化硼甲醇溶液（1+4）：取40%三氟化硼乙醚溶液1份，加甲醇4份，混匀即可。
- 2.3.4  $\alpha$ -亚麻酸甲酯>99.0%。
- 2.3.5  $\gamma$ -亚麻酸甲酯>99.0%。
- 2.3.6 标准储备液：称0.0250g的 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及0.0250g的 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准品，分别用正己烷溶解，并定容于25mL容量瓶中，混匀，浓度分别为1.0mg/mL。
- 2.3.7 标准使用液：分别取 $\alpha$ -亚麻酸甲酯及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混匀， $\alpha$ -亚麻酸甲酯和 $\gamma$ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。
- 2.4 仪器
- 2.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。
- 2.4.2 数据处理机或积分仪。
- 2.4.3 分析天平：1/10000。
- 2.4.4 分析天平：1/1000。
- 2.4.5 加热式磁力搅拌器。
- 2.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。
- 2.5 分析步骤
- 2.5.1 试样制备
- 2.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。
- 2.5.1.2 皂化：称取0.100g油脂（或脂肪）和磁力搅拌子一并放入50mL磨口烧瓶中（见图1），加入4mL 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液，上部连接回流冷凝管，并固定于磁力搅拌器上，由冷凝管上口向溶液中导入氮气；使反应瓶中始终充满氮气。开启磁力搅拌器，并加热使反应液保持65±5℃，搅拌回流约15min。
- 2.5.1.3 甲脂化：从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液，搅拌（65±5℃），回流约2min，冷至室温，从冷凝管上部加入5mL正己烷继续搅拌5min，移去冷凝管，加入5mL饱和氯化钠水溶液，摇动数分钟，转移至25mL分液漏斗中分离水与有机相，再加3mL正己烷洗水相，分离，弃水相，合并有机相并定容至10mL（浓度低时吹氮浓缩至1.0mL）。供测定用。
- 2.5.2 气相色谱参考条件
- 2.5.2.1 色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i.d. 0.25 $\mu$ m）。
- 2.5.2.2 柱箱温度：215℃。
- 2.5.2.3 进样口温度：250℃。
- 2.5.2.4 检测器温度：260℃。
- 2.5.2.5 氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。
- 2.5.3 定性分析：在上述仪器条件下，分别取标准使用液和试样测定液1.0 $\mu$ L，注入气相色谱仪，以保留时间来确定 $\alpha$ -及 $\gamma$ -亚麻酸甲酯。
- 2.5.4 定量分析：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。
- 2.6 分析结果：试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸测定结果按（1）式计算
- 2.6.1 计算

$$\chi(\%) = \frac{A_1/A_2 \times \rho \times v}{m \times 1000} \times 0.952 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

- $\chi$ — $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸含量，%；  
 $A_1$ —试样中 $\alpha$ 或 $\gamma$ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；  
 $A_2$ —标准使用液色谱峰面积或峰高；  
 $\rho$ —标准使用液浓度，mg/mL；  
 $v$ —正己烷定容体积，mL；  
 $m$ —试样质量，g；

0.952—亚麻酸换算系数。

脂肪试样再换算原保健食品试样中 $\gamma$ -亚麻酸和 $\alpha$ -亚麻酸的量。

2.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数：相对标准偏差 $<10\%$ ，回收率 $93.0\% \sim 101.7\%$ 。

### 【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	银杏叶干燥叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（6、4倍量70%乙醇 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 提取2次，2h/次）、过滤、真空浓缩、沉淀过滤、盐酸中和（pH 7.0），乙酸乙酯萃取（3次）、真空干燥（0.08Mpa， $60^\circ\text{C}$ ）等主要工艺加工制成
得率，%	6.67
感官要求	黄棕色粉末，味微苦，具有其特有的滋味、气味，无肉眼可见的外来杂质
总黄酮，%	$\geq 7.5$
总黄酮醇苷，%	18.9~27.4
萜类内酯，%	4.7~6.8
槲皮素（ $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$ ），mg/g	$\leq 10.0$
山柰素（ $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_6$ ），mg/g	$\leq 10.0$
异鼠李素（ $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}_7$ ），mg/g	$\leq 4.0$
银杏酸，mg/kg	$\leq 10$
水分，%	$\leq 5.0$
灰分，%	$\leq 0.8$
六六六，mg/kg	$\leq 0.05$
滴滴涕，mg/kg	$\leq 0.05$
铅（以Pb计），mg/kg	$\leq 2.0$
总砷（以As计），mg/kg	$\leq 1.0$
总汞（以Hg计），mg/kg	$\leq 0.3$
乙醇，%	$\leq 0.5$
乙酸乙酯，%	$\leq 0.5$
菌落总数，CFU/g	$\leq 30000$
大肠菌群，MPN/g	$\leq 0.92$
霉菌和酵母，CFU/g	$\leq 50$
金黄色葡萄球菌	$\leq 0/25\text{g}$
沙门氏菌	$\leq 0/25\text{g}$

2. 亚麻籽油：应符合GB/T 8235《亚麻籽油》的规定。

3. 明胶：应符合GB 6783《食品安全国家标准 食品添加剂 明胶》的规定。
  3. 纯化水：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  4. 甘油：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  5. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  6. 焦糖色：应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。
  7. 二氧化钛：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
  8. 胭脂红：应符合GB 1886.220《食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂红》的规定。
- 

确认打印

显示Office编辑区

返回上一页修改