

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20200021

正康惠仁牌三七红曲银杏叶胶囊

- 【原料】 红曲粉、三七提取物、银杏叶提取物
- 【辅料】 纳豆粉、糊精、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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    | 内容物呈棕红色                       |
| 滋味、气味 | 具有本品固有滋味、气味，无异味               |
| 性状    | 胶囊整洁，无粘结、变形、囊壳破裂等现象，内容物为粉末状固体 |
| 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，%          | ≤8.0  | GB 5009.3   |
| 灰分，%          | ≤7.0  | GB 5009.4   |
| 崩解时限，min      | ≤30.0 | 《中华人民共和国药典》 |
| 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  |
| 桔青霉素, μg/kg                 | ≤50.0 | GB/T 5009.222 |
| 黄曲霉毒素B <sub>1</sub> , μg/kg | ≤5.0  | GB/T 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      |
|-----------------------|-------------|-----------|
| 洛伐他丁, mg/100g         | 150.0~225.0 | 1 洛伐他丁的测定 |
| 总黄酮(以芦丁计), mg/100g    | ≥531.0      | 2 总黄酮的测定  |
| 总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g | ≥1.88       | 3 总皂苷的测定  |

## 1 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))

### 1.1 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。

1.2 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。

### 1.3 试剂

1.3.1 甲醇: 色谱纯。

1.3.2 三氯甲烷: 分析纯。

1.3.3 磷酸: 分析纯。

1.3.4 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。

1.3.5 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。

#### 1.4 仪器设备

1.4.1 高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

1.4.2 超声波清洗器。

1.4.3 涡旋混匀器。

1.4.4 离心机。

1.4.5 真空泵。

#### 1.5 分析步骤

1.5.1 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。

##### 1.5.2 液相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，4.6×250mm。

1.5.2.2 柱温：室温。

1.5.2.3 紫外检测器：检测波长238nm。

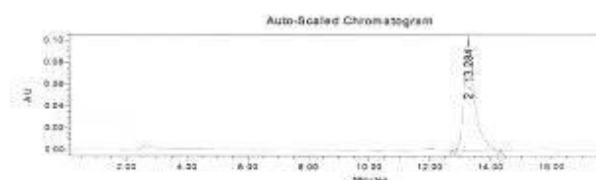
1.5.2.4 流动相：甲醇:水:磷酸=385:115:0.14。

1.5.2.5 流速：1.0mL/min。

1.5.2.6 进样量：10μL。

1.5.2.7 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。

##### 1.5.2.8 色谱图



色谱图中洛伐他丁浓度为25μg/mL

1.5.3 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。

##### 1.5.4 分析结果表示

###### 1.5.4.1 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<sub>1</sub>—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。

1.5.4.2 结果表示: 检测结果保留三位有效数字。

#### 1.6 技术参数

1.6.1 准确度: 方法的回收率在93.3%~108.4%之间。

1.6.2 允许差: 平行样测定相对误差 $\leq \pm 5\%$ 。

### 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))

#### 2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉。

2.1.2 芦丁标准溶液: 称取5.0mg芦丁, 加甲醇溶解并定容至100mL, 即得50 $\mu$ g/mL。

2.1.3 乙醇: 分析纯。

2.1.4 甲醇: 分析纯。

#### 2.2 分析步骤

2.2.1 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。

2.2.2 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。

#### 2.3 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,  $\mu$ g ;

$M$ —试样质量, g;

$V_1$ —测定用试样体积, mL;

$V_2$ —试样定容总体积, mL。

计算结果保留二位有效数字。

### 3 总皂苷的测定(来源于《保健食品检验与评价技术规范》(2003年版))

#### 3.1 试剂

3.1.1 Amberlite-XAD-2大孔树脂, Sigma化学公司、U.S.A.。

3.1.2 正丁醇: 分析纯。

3.1.3 乙醇: 分析纯。

3.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

3.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

3.1.6 香草醛溶液: 称取5g香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至100mL。

3.1.7 高氯酸: 分析纯。

3.1.8 冰乙酸: 分析纯。

3.1.9 人参皂苷Re标准溶液: 精确称取人参皂苷Re标准品0.020g, 用甲醇溶解并定容至10.0mL, 即每毫升含人参皂苷Re2.0mg。

#### 3.2 仪器

3.2.1 比色计。

3.2.2 层析柱。

#### 3.3 实验步骤

3.3.1 试样处理：固体试样：称取1.000g左右的试样（根据试样含人参量定），置于100mL容量瓶中，加少量水，超声30min，再用水定容至100mL，摇匀，放置，吸取上清液1.0mL进行柱层析。

3.3.2 柱层析：用10mL注射器作层析管，内装3cmAmberlite-XAD-2大孔树脂，上加1cm中性氧化铝。先用25mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0mL已处理好的试样溶液（见3.3.1），用25mL水洗柱，弃去洗脱液，用25mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于蒸发皿中，置于60℃水浴挥干。以此作显色用。

3.3.3 显色：在上述已挥干的蒸发皿中准确加入0.2mL5%香草醛冰乙酸溶液，转动蒸发皿，使残渣都溶解，再加0.8mL高氯酸，混匀后移入5mL带塞刻度离心管中，60℃水浴上加热10min，取出，冰浴冷却后，准确加入冰乙酸5.0mL，摇匀后，以1cm比色池于560nm波长处与标准管一起进行比色测定。

3.3.4 标准管：吸取人参皂苷Re标准溶液（2.0mg/mL）100μL放蒸发皿中，放在水浴挥干（低于60℃），或热风吹干（勿使过热），以下操作从“3.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

3.4 计算：

$$X = \frac{A_1}{A_2} \times C \times \frac{V}{m} \times \frac{100}{1000} \times \frac{1}{1000}$$

式中：

X—试样中总皂苷含量（以人参皂苷Re计），g/100g；

A<sub>1</sub>—被测液的吸光度值；

A<sub>2</sub>—标准液的吸光度值；

C—标准管人参皂苷Re的量，μg；

V—试样稀释体积，mL；

m—试样质量，g。

计算结果保留二位有效数字。

【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. 红曲粉：应符合QB/T 2847《功能性红曲米（粉）》的规定。
2. 三七提取物

| 项 目             | 指 标                                                                                                                                                                                                                                                               |
|-----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源              | 三七<br>应符合《中华人民共和国药典》的规定                                                                                                                                                                                                                                           |
| 制法              | 经粉碎、过20目筛、提取（分别8倍量、5倍量纯化水煮沸回流提取2次，每次2h）、滤过、合并滤液、减压浓缩（真空度为0.03～0.05MPa，温度为60～65℃）至相对密度1.10～1.15（60℃测）、加入食用酒精使乙醇含量达到65%搅拌、静置24h、上清液离心去除沉淀（转速6000r/min）、收集液体、再减压浓缩（真空度为0.03～0.05MPa，温度为60～65℃）回收乙醇，料液浓缩至相对密度1.10～1.15（60℃测）、喷雾干燥（进口温度为180～200℃，出口温度80～100℃）等主要工艺加工制成 |
| 感官要求            | 淡黄色至黄色；具有本品特有的淡甜味和气味，无异味；均匀粉末；无肉眼可见外来杂质                                                                                                                                                                                                                           |
| 总皂甙（以人参皂苷Re计），% | ≥10.0                                                                                                                                                                                                                                                             |
| 水分，%            | ≤5.0                                                                                                                                                                                                                                                              |
| 灰分，%            | ≤5.0                                                                                                                                                                                                                                                              |

|                |        |
|----------------|--------|
| 总铅（以Pb计），mg/kg | ≤2.0   |
| 总砷（以As计），mg/kg | ≤1.0   |
| 总汞（以Hg计），mg/kg | ≤0.5   |
| 六六六，mg/kg      | ≤0.1   |
| 滴滴涕，mg/kg      | ≤0.1   |
| 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. 银杏叶提取物

| 项 目            | 指 标                                                                                                                                                                                                                                      |
|----------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源             | 中国银杏树的叶子<br>应符合《中华人民共和国药典》的规定                                                                                                                                                                                                            |
| 制法             | 经粉碎、提取（分别10倍量、8倍量60%乙醇加热回流提取2次，每次2h）、滤过，合并滤液、滤液减压回收乙醇，并浓缩至相对密度1.10~1.15（60℃测），加2倍量的纯化水，搅拌均匀，水沉、水沉上清液滤过，浓缩至与原料比1:1时，离心、离心液加在已处理好的大孔吸附树脂柱上，依次用水及不同浓度的80%乙醇洗脱，收集相应的洗脱液，回收乙醇、浓缩至相对密度1.05~1.10（60℃测）、喷雾干燥（进口温度为160~180℃，出口温度80~100℃）等主要工艺加工制成 |
| 感官要求           | 浅棕黄色至棕褐色；具有本品特有的微苦味和气味，无异味；粉末状固体，味微苦；无肉眼可见外来杂质                                                                                                                                                                                           |
| 萜类内酯，%         | 6.0~10.0                                                                                                                                                                                                                                 |
| 总黄酮醇苷，%        | 24.0~30.0                                                                                                                                                                                                                                |
| 总银杏酸，mg/kg     | ≤10.0                                                                                                                                                                                                                                    |
| 槲皮素，mg/g       | ≤10.0                                                                                                                                                                                                                                    |
| 山柰素，mg/g       | ≤10.0                                                                                                                                                                                                                                    |
| 异鼠李素，mg/g      | ≤4.0                                                                                                                                                                                                                                     |
| 水分，%           | ≤5.0                                                                                                                                                                                                                                     |
| 灰分，%           | ≤0.8                                                                                                                                                                                                                                     |
| 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                                                                                                                                                                                                                                     |
| 二乙烯苯，μg/kg     | ≤50.0                                                                                                                                                                                                                                    |
| 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                                                                                                                                                                                                                                   |

### 4. 纳豆粉

| 项 目 | 指 标 |
|-----|-----|
|     |     |

|                            |                                                                                                                                                 |
|----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源                         | 大豆                                                                                                                                              |
| 制法                         | 经浸泡（18h左右，沥干水）、蒸煮（将沥干后的大豆，铺在盘中，蒸煮灭菌24h左右）、接种、发酵（将蒸煮灭菌后的大豆，接种，菌种为：纯种纳豆芽孢杆菌，接种后放入40℃培养室，培养24h左右，得纳豆）、冷冻干燥（将培养得到的纳豆，冷冻干燥24~48h）、粉碎并过100目筛等主要工艺加工制成 |
| 感官要求                       | 黄色或棕黄色、黄棕色；具有纳豆特有的香气，无异味；粉末状固体；无肉眼可见外来杂质                                                                                                        |
| 蛋白质，%                      | ≥20.0                                                                                                                                           |
| 水分，%                       | ≤10.0                                                                                                                                           |
| 总铅（以Pb计），mg/kg             | ≤2.0                                                                                                                                            |
| 总砷（以As计），mg/kg             | ≤1.0                                                                                                                                            |
| 总汞（以Hg计），mg/kg             | ≤0.5                                                                                                                                            |
| 六六六，mg/kg                  | ≤0.1                                                                                                                                            |
| 滴滴涕，mg/kg                  | ≤0.1                                                                                                                                            |
| 黄曲霉毒素B <sub>1</sub> ，μg/kg | ≤5.0                                                                                                                                            |
| 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                                                                                                                                          |

5. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

---