

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G20160075

海之圣牌葡萄籽银杏叶蜂胶软胶囊

- 【原料】 蜂胶、银杏叶提取物、葡萄籽提取物
- 【辅料】 蜂蜡、亚麻籽油、明胶、甘油、纯化水、可可壳色
- 【生产工艺】 本品经粉碎、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】
- 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	囊皮呈棕色，内容物呈褐色
滋味、气味	具有本品特有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，内容物为油性膏状物
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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
灰分，g/100g	≤6	GB 5009.4
酸价，mgKOH/g	≤20	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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
黄曲霉毒素B ₁ , μg/kg	≤10	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
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	≥4.0	1 总黄酮的测定
原花青素, g/100g	≥6.9	2 原花青素的测定

1 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))

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 结果计算:

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

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。

计算结果保留二位有效数字。

2 原花青素的测定（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原花青素的测定方法。

本方法适用于保健食品中原花青素的含量测定。

本方法最低检出量为3μg，最低检出浓度为3μg/mL。

本方法最佳线性范围：3~150μg/mL。

2.2 原理：原花青素是含有儿茶素和表儿茶素单元的聚合物。原花青素本身无色，但经过用热酸处理后，可以生成深红色的花青素离子。本法用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子。计算试样中原花青素含量。

2.3 试剂

2.3.1 甲醇：分析纯。

2.3.2 正丁醇：分析纯。

2.3.3 盐酸：分析纯。

2.3.4 硫酸铁铵： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液：用浓度为2mol/L盐酸配成2%（w/v）的溶液。

2.3.5 原花青素标准品：葡萄籽提取物，纯度95%。

2.4 仪器

2.4.1 分光光度计。

2.4.2 回流装置。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样的制备：挤出20粒软胶囊内容物，研磨均匀。

2.5.2 提取

2.5.2.1 粉状试样：称取50~100mg试样，置于50mL容量瓶中，加入30mL甲醇，超声处理20min，放冷至室温后，加甲醇至刻度，摇匀，离心或放置至澄清后取上清液备用。

2.5.2.2 含油试样：称取50mg试样，置于小烧杯中，用20mL甲醇分数次搅拌，将原花青素洗入50mL容量瓶中，直至甲醇提取液无色，加甲醇至刻度，摇匀。

2.5.2.3 口服液：吸取适量样液（取样量不超过1mL），置于50mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。

2.5.3 测定

2.5.3.1 标准曲线：称取原花青素标准品10.0mg溶于10mL甲醇中，吸取该溶液0、0.1、0.25、0.5、1.0、1.5mL，置于10mL容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。各取1mL测定。与试样测定方法相同。

2.5.3.2 试样测定：将正丁醇与盐酸按95:5的体积比混合后，取出6mL置于具塞锥形瓶中，再加入0.2mL硫酸铁铵溶液和1mL试样溶液，混匀，置沸水浴回流，精确加热40min后，立即置冰水中冷却，在加热完毕15min后，于546nm波长处测吸光度，由标准曲线计算试样中原花青素的含量。显色在1小时内稳定。

2.6 分析结果表述：试样中原花青素测定结果按（1）式计算。

2.6.1 计算：

$$X(\%) = \frac{m_1 \times v \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X—试样中原花青素的百分含量，g/100g；

m_1 —反应混合物中原花青素的量，μg；

v—待测样液的总体积，mL；

m—试样的质量，mg。

2.6.2 结果表示：计算结果保留三位有效数字。

2.7 技术参数

2.7.1 相对标准偏差：<10%。

2.7.2 回收率：84.6~94.4%。

【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. 蜂胶：应符合GB/T 24283《蜂胶》的规定。

2. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏叶植物银杏的干燥叶
制法	经提取（50%乙醇回流提取3次，分别用6、5、4倍量提取60min、60min、40min）、浓缩、大孔树脂柱（浓缩液加4倍水稀释）、洗脱（分别用适量的水冲洗，后用30%左右乙醇洗脱，再用80%左右乙醇洗脱）、脱酸、浓缩、真空干燥（60-80℃）、粉碎、过筛等主要工艺加工制成。
提取率，%	2-3
感官要求	浅棕黄色至棕褐色粉末
总黄酮醇苷，%	24-35
萜类内酯，%	6-15
总银杏酸，mg/kg	≤10
槲皮素，mg/g	≤10
山柰素，mg/g	≤10
异鼠李素，mg/g	≤4
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
菌落总数，CFU/g	≤30000
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

3. 葡萄籽提取物

项 目	指 标
来源	葡萄籽
制法	经粉碎、提取（8倍量70%乙醇提取2次，每次120min）、过滤、精制（大孔树脂，35%乙醇洗脱）、浓缩、喷雾干燥（进风温度130-140℃，出风温度70-80℃）、粉碎、过筛、包装等主要工艺加工制成。
提取率，%	5-7
感官要求	微红色至红棕色粉末
原花青素，%	≥90
干燥失重，%	≤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
菌落总数，CFU/g	≤30000
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
---------	--------

4. 蜂蜡：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 亚麻籽油：应符合GB/T 8235《亚麻籽油》中“食用亚麻籽油”的规定。
6. 明胶：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. 纯化水：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。