

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G20110056

康星牌紫苏油绞股蓝银杏叶软胶囊

【原料】 紫苏油、银杏叶提取物、绞股蓝提取物

【辅料】 明胶、纯化水、甘油、二氧化钛、可可壳色

【生产工艺】 本品经过筛、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酯瓶应符合YBB00262002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	外观呈棕色，内容物呈浅褐色
滋味、气味	具本品固有的滋味、气味，无异味
性状	软胶囊，完整光洁，无粘结、变形、漏囊等现象；内容物为油状液
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
灰分, g/100g	≤3.0	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/T 5009.37
过氧化值, g/100g	≤0.1	GB/T 5009.37
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
银杏酸, mg/kg	≤2.0	《中华人民共和国药典》
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
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
α-亚麻酸, g/100g	≥35	1 α-亚麻酸的测定
总皂苷（以人参皂苷Re计）, g/100g	≥0.8	2 总皂苷的测定
总黄酮（以芦丁计）, g/100g	≥1.0	3 总黄酮的测定

1 α-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）中“保健食品中α-亚麻酸、γ-亚麻酸的测定”）

1.1 范围

本方法规定了保健食品中α-及γ-亚麻酸的测定方法。

本方法适用于油脂保健食品中α-及γ-亚麻酸含量的测定。

本标准还适用于油脂保健食品中C₁₆~C₂₂饱和脂肪酸和角鲨烯含量的测定。

本方法最低检出量：γ-亚麻酸为0.050μg、α-亚麻酸为0.030μg。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

1.2 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。

1.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

1.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

1.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

1.3.3 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。

1.3.4 α-亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.5 γ-亚麻酸甲酯>99.0%。

1.3.6 标准储备液：称0.0250g的α-亚麻酸甲酯及0.0250g的γ-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。

1.3.7 标准使用液：分别取α-亚麻酸甲酯及γ-亚麻酸甲酯标准储备液各5.0mL，置于10mL的容量瓶中，混

匀, α -亚麻酸甲酯和 γ -亚麻酸甲酯的含量为0.5mg/mL。

1.4 仪器

1.4.1 气相色谱仪: 附氢火焰(FID)检测器。

1.4.2 数据处理机或积分仪。

1.4.3 分析天平: 1/10000。

1.4.4 分析天平: 1/1000。

1.4.5 加热式磁力搅拌器。

1.4.6 标准磨口烧瓶(50mL)和直形冷凝管。

1.5 分析步骤

1.5.1 试样制备

1.5.1.1 脂肪的提取: 按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

1.5.1.2 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 $65\pm 5^{\circ}\text{C}$, 搅拌回流约15min。

1.5.1.3 甲脂化: 从冷凝管上部加入4mL三氟化硼甲醇溶液, 搅拌($65\pm 5^{\circ}\text{C}$), 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。

1.5.2 气相色谱参考条件

1.5.2.1 色谱柱: FFAP(改性聚乙二醇20M, 30m \times 0.25mm i. d. 0.25 μm)。

1.5.2.2 柱箱温度: 215°C 。

1.5.2.3 进样口温度: 250°C 。

1.5.2.4 检测器温度: 260°C 。

1.5.2.5 氮气: 50mL/min, 30:1分流; 氢气: 45mL/min; 空气: 500mL/min。

1.5.3 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 μL , 注入气相色谱仪, 以保留时间来确定 α -及 γ -亚麻酸甲酯。

1.5.4 定量分析: 试样中 α 或 γ -亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高与标准的比较定量。

1.6 分析结果: 试样中 α 或 γ -亚麻酸测定结果按(1)式计算

1.6.1 计算

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

式中:

χ — α 或 γ -亚麻酸含量, %;

A_1 —试样中 α 或 γ -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;

ρ —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 γ -亚麻酸和 α -亚麻酸的量。

1.6.2 结果表述: 计算结果保留三位有效数字。

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

1.8 色谱参考图

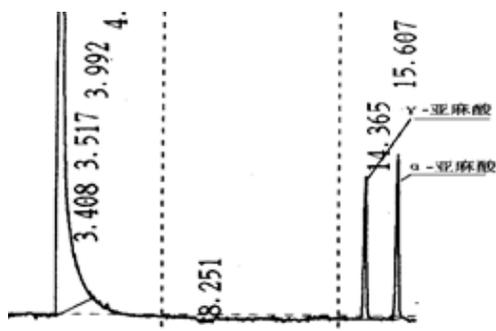


图1 标准色谱图

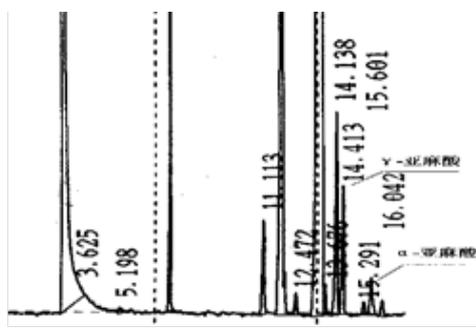


图2 试样色谱图

气相色谱参考条件

色谱柱：FFAP（改性聚乙二醇20M，30m×0.25mm i. d. 0.25μm）。

柱箱温度：215℃。

进样口温度：250℃。

检测器温度：260℃。

氮气：50mL/min，30:1分流；氢气：45mL/min；空气：500mL/min。

2 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））

2.1 试剂

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

2.1.2 正丁醇：分析纯。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 中性氧化铝：层析用，100~200目。

2.1.5 人参皂苷Re：购自中国食品药品检定研究院。

2.1.6 香草醛溶液：称取5g香草醛，加冰乙酸溶解并定容至100mL。

2.1.7 高氯酸：分析纯

2.1.8 冰乙酸：分析纯

2.1.9 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。

2.2 仪器

2.2.1 比色计

2.2.2 层析柱

2.3 实验步骤

2.3.1 试样处理

2.3.1.1 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。

2.3.1.2 液体试样：含乙醇的补酒类保健食品，吸取1.0mL试样放水浴挥干，用水浴溶解残渣，用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样：吸取1.0mL试样（假如浓度高、或颜色深，需稀释一定体积后再取1.0mL）进行柱层析。

2.3.2 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2.3.1），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。

2.3.3 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。

2.3.4 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“2.3.2柱层析…”起，与试样相同。测定吸光度值。

2.4 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；

A₁—被测液的吸光度值；

A₂—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。

3 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））

3.1 试剂

3.1.1 聚酰胺粉

3.1.2 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。

3.1.3 乙醇：分析纯。

3.1.4 甲醇：分析纯。

3.2 分析步骤

3.2.1 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。

3.2.2 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。

3.3 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。

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. 紫苏油

项 目	指 标
来源	唇形科植物紫苏 <i>Perilla frutescens</i> (L.) Britt. 的干燥成熟果实
制法	经机榨、碱炼（10~14%碱溶液）、水洗（4~6%的盐溶液）、脱色（白土比例≤5%，活性炭比例≤5%）、脱臭（柠檬酸浓度≤0.05%）、脱蜡等主要工艺制成。
感官要求	浅黄色油状液体，清香
得率，%	约32
水分及挥发物，g/100g	≤0.1

不溶性杂质, g/100g	≤0.05
α-亚麻酸, g/100g	≥55
比重, g/cm ³	0.920~0.936
折光指数	1.475~1.490
碘值, g/100g	152~190
酸价, mgKOH/g	≤1.0
过氧化值, meq/kg	≤5.0
重金属(以Pb计), mg/kg	≤10.0
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

2. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏科植物银杏 <i>Ginkgo biloba</i> L 的干燥叶应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	取银杏叶切丝, 经提取(10倍量75%食用乙醇回流提取2h, 8倍量75%食用乙醇回流提取1.5h)、合并滤液、减压回收乙醇至无醇味、减压浓缩、真空干燥(0.08MPa, 80℃)、粉碎、过筛等主要工艺制成。
感官要求	浅棕黄色至棕褐色粉末, 味微苦
得率, %	约10
总黄酮醇苷, g/100g	4~15
萜类内酯, g/100g	2~10
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, g/100g	≤5.0
灰分, g/100g	≤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
乙醇残留	不得检出
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. 绞股蓝提取物

项 目	指 标
来源	葫芦科植物绞股蓝 <i>Gynostemma pentaphyllum</i> (Thunb.) Makino 的干燥茎叶
制法	经粉碎、提取(10倍量70%食用乙醇回流提取2h, 8倍量70%食用乙醇回流提取1.5h)、合并滤液、减压浓缩、真空干燥(0.08Mpa, 80℃)、粉碎、过筛等主要工艺制成。
得率, %	约20
感官要求	棕色精细粉末, 具特殊气味
目数	80目

总皂苷, g/100g	≥15
干燥失重, g/100g	≤5.0
灰分, g/100g	≤5.0
重金属 (以Pb计), mg/kg	≤10.0
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. 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。
 5. 纯化水: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 6. 甘油: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 7. 二氧化钛: 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
 8. 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。
-