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G20100252

博尔腾牌银杏叶何首乌胶囊

【原料】 何首乌提取物、银杏叶提取物

【辅料】 大豆蛋白粉、玉米淀粉

【生产工艺】 本品经混合、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】 包装材料应符合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	内容物呈淡棕色
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无粘结、破损现象；内容物为粉末
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g	50～350	1 总蒽醌的测定
蛋白质，g/100g	≥30	GB 5009.5
水分，g/100g	≤8.0	GB 5009.3
崩解时限，min	≤30	《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	≤0.2	GB/T 5009.19
滴滴涕，mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19
人工合成色素（柠檬黄、日落黄、亮蓝、胭脂红、苋菜红）	不得检出	GB/T 5009.35

1 总蒽醌的测定

1.1 试剂

1.1.1 对照品溶液：精密称取1,8-二羟基蒽醌25.0mg，加冰乙酸溶解并稀释至50mL。

1.1.2 混合酸溶液：25%盐酸溶液2mL加冰乙酸18mL。

1.1.3 混合碱溶液：取等量的10%氢氧化钠溶液和4%的氮溶液混合。

1.2 仪器：分光光度计。

1.3 测定：精密称取25mg样品置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，混匀，在沸水浴中回流15min，放冷，加乙醚30mL提取，提取液通过脱脂棉滤入分液漏斗中，继续用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，药渣再加混合酸溶液4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤残渣二次，每次5mL，合并乙醚液，用水30、20mL振摇洗涤二次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液50、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀，取约50mL至100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出。迅速冷却至室温。称重，补加10%氨溶液到原来的重量，混匀。同时精密量取对照品2.0mL，置100mL容量瓶中，加混合碱溶液稀释至刻度，混匀，于暗处放置30min。以混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定吸光度。

1.4 结果计算

$$X = \frac{E_1}{W \times 10 \times E}\%$$

式中：

X—样品中总蒽醌的含量（以1,8-二羟基蒽醌计），%；

E_1—样品的吸光度；

E—对照品的吸光度；

W—样品重，g。

【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
槲皮素、山柰素、异鼠李素总量，mg/100g	≥714	1 槲皮素、山柰素、异鼠李素的测定

1　槲皮素、山柰素、异鼠李素的测定（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”）

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，测定试样中甙元槲皮素、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10～100mg/L的标准系列溶液.

1.4　仪器设备

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。

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_{18}柱，5μm，100Å，3.9mm ID×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。

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：

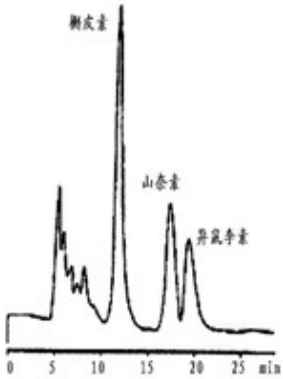
Q%—试样中槲皮素含量；

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。

1.7　色谱图



【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

【原辅料质量要求】

1.银杏叶提取物

项　　目	指　　标
来源	银杏叶，银杏科植物银杏*Ginkgo biloba L.*的干燥叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	本品经银杏叶提取物Ⅰ与银杏叶提取物Ⅱ混合均匀制成。 银杏叶提取物Ⅰ制法：银杏叶经提取（8倍量75%乙醇75～85℃提取2次，每次2h）、浓缩、离心、浓缩、乙酸乙酯萃取、萃取物浓缩、喷雾干燥（进口温度190～210℃，出口温度80～90℃）等主要工艺制成。 银杏叶提取物Ⅱ制法：银杏叶经提取（8倍量50%乙醇65～70℃提取2次，每次2h）、过滤、浓缩、加水稀释、离心、大孔树脂吸附、75%乙醇洗脱、浓缩、干燥（50℃）、粉碎、过筛等主要工艺制成。
提取率，%	8±1
感官要求	浅棕黄色至棕褐色的粉末；味微苦
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
二乙烯苯，μg/kg	≤50
乙酸乙酯残留，%	≤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
总银杏酸，mg/kg	≤10.0

总黄酮醇苷，%	60～85
萜类内酯，%	6.0～8.0
游离槲皮素，mg/g	≤10.0
游离山奈素，mg/g	≤10.0
游离异鼠李素，mg/g	≤4.0

2.何首乌提取物

项　　目	指　　标
来源	制何首乌（何首乌的炮制加工品）。何首乌为蓼科植物何首乌*Polygonum multiflorum Thunb.*的干燥块根。 应符合《中华人民共和国药典》的规定。
制法	制何首乌经提取（75%乙醇75～85℃回流提取2次，第一次10倍量3h，第二次8倍量2h）、浓缩、喷雾干燥（进口温度190～210℃，出口温度80～90℃）、粉碎等工艺制成。
提取率，%	10±1
感官要求	褐色粉末
水分，g/100g	≤5.0
灰分，g/100g	≤5.0
总蒽醌，g/100g	0.5～2.0
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	≤0.3
滴滴涕，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
金黄色葡萄球菌	≤0/25g
沙门氏菌	≤0/25g

3.大豆蛋白粉

项　　目	指　　标
原料来源	大豆
制法	低温豆粕经浸出、分离后得到蛋白液；蛋白液经酸沉、分离、凝乳、老化、中和（pH6.5～7.1）、杀菌（120～140℃）、闪蒸、喷雾干燥（进口温度160～200℃，出口温度90～100℃）等工艺制成。
感官要求	乳白色至淡乳黄色粉状或微粒状，无结块；无正常视力可见杂质
水分，g/100g	≤6.0
灰分，g/100g	≤6.5
蛋白质，g/100g	≥80
重金属（以Pb计），mg/kg	≤1.0
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5

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

4.玉米淀粉：应符合《中华人民共和国药典》的规定。