

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20220047

筑元吉康牌银杏叶三七红景天片

【原料】 银杏叶、三七、红景天

【辅料】 微晶纤维素、交联聚维酮、玉米淀粉、胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、二氧化钛、滑石粉、亮蓝铝色淀）、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经提取（银杏叶、三七、红景天，10、9倍量水95~100℃煎煮两次，每次1h）、过滤、浓缩、混合、减压干燥（60~80℃）、混合、制粒、干燥、压片、包衣、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	包衣呈蓝色，片芯呈黄棕色，色泽均匀
滋味、气味	具有本品特有滋味、气味，无异味
性状	薄膜衣片，完整光洁，有适宜的硬度
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》（加挡板）
灰分，g/100g	≤10	GB 5009.4
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
亮蓝, g/kg	≤0.3	1 亮蓝的测定

1 亮蓝的测定

1.1 原理：食品中人工合成着色剂用聚酰胺吸附法或液-液分配法提取,制成水溶液,注入高效液相色谱仪,经反相色谱分离,根据保留时间定性和与峰面积比较进行定量。

1.2 试剂

本方法所用试剂除特殊注明外,均为分析纯,所用水为去离子水或同等纯度蒸馏水。

1.2.1 甲醇：色谱纯。

1.2.2 乙酸铵溶液(0.02mol/L)：称取1.54g乙酸铵,加水至1000mL,溶解,经0.45μm微孔滤膜过滤。

1.2.3 氨水溶液：量取氨水2mL,加水至100mL,混匀。

1.2.4 甲醇-甲酸溶液(6+4)：量取甲醇60mL,甲酸40mL,混匀。

1.2.5 柠檬酸溶液：称取柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)20g,加水至100mL,溶解混匀。

1.2.6 无水乙醇-氨水-水溶液(7+2+1)溶液：量取无水乙醇70mL、氨水溶液20mL、水10mL,混匀。

1.2.7 pH6的水：水加柠檬酸溶液调pH到6。

1.2.8 亮蓝对照品。

1.2.9 对照品储备液的配制：取亮蓝对照品适量,精密称定,加pH=6的水(水加20%柠檬酸溶液调pH值到6)制成每1mL含亮蓝0.2mg的对照品溶液。

1.2.10 对照品溶液的配制：精密量取上述对照品储备液1.0mL,加水定容至10mL,摇匀,即得浓度为0.02mg/mL的对照品溶液。

1.3 仪器

1.3.1 电子天平(感量0.01mg)。

1.3.2 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

1.3.3 G3垂熔漏斗。

1.4 测定步骤

1.4.1 色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-0.02mol/L乙酸铵=45:55为流动相,检测波长：629nm。

1.4.2 试样处理：取本品10片(约5g),精密称定,置100mL小烧杯中,加水反复洗涤色素,至试样无色素为止,合并色素漂洗液,加20%柠檬酸溶液调节pH值至约6,水浴上加热至60℃,将1g聚酰胺粉加少量水调成粥状,倒入试样溶液中,搅拌片刻,以G3垂熔漏斗抽滤,用60℃pH=4的水(水加20%柠檬酸溶液调pH值至4)洗涤3次,每次约10mL,然后用甲醇-甲酸(6+4)溶液洗涤3次,再用水洗至中性,用解吸液(无

水乙醇-氨水-水=7+2+1混合溶液)解吸至解吸液几乎无色,收集解吸液,加乙酸中和,蒸发至近干,加水溶解,定容至10mL(V,或可调整体积),用0.45μm 微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

1.4.3 测定:分别精密吸取上述对照品溶液及供试品溶液各10μL,注入液相色谱仪,测定,记录色谱图。

1.5 结果计算

$C \times A_{\text{样}} \times V$

$X = \frac{A_{\text{对}} \times m}{C \times A_{\text{样}} \times V}$

$A_{\text{对}} \times m$

式中:

X—样品中亮蓝铝色淀的含量(以亮蓝计), g/kg;

C—对照品溶液的浓度, mg/mL;

$A_{\text{样}}$ —样品峰面积;

$A_{\text{对}}$ —对照品峰面积;

V—试样定容体积, mL;

m—样品称样量, 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
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
总皂苷(以人参皂苷Re计), g/100g	≥1.5	1 总皂苷的测定
总黄酮(以芦丁计), g/100g	≥0.35	2 总黄酮的测定

1 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))

1.1 试剂

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

1.1.2 正丁醇: 分析纯。

1.1.3 乙醇: 分析纯。

1.1.4 中性氧化铝: 层析用, 100~200目。

1.1.5 人参皂苷Re: 购自中国食品药品检定研究院。

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

1.1.7 高氯酸: 分析纯。

1.1.8 冰乙酸: 分析纯。

1.1.9 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。

1.2 仪器

1.2.1 比色计。

1.2.2 层析柱。

1.3 实验步骤

1.3.1 试样处理

1.3.1.1 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。

1.3.1.2 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。

1.3.2 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1.3.1), 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。

1.3.3 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。

1.3.4 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“1.3.2柱层析…”起, 与试样相同。测定吸光度值。

1.4 计算

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

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。

2 总黄酮的测定

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50μg/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：取本品内容物适量，研磨，混匀，取约1g（可根据黄酮含量调整称取的质量），精密称定，置锥形瓶中，精密加入95%乙醇25mL，称定重量，超声（300W 40KHz）30min，取出，放冷，再次称定重量，用95%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液1mL，置已加1g聚酰胺粉的蒸发皿中，加95%乙醇3mL稀释，搅拌吸附均匀，置60℃水浴蒸干，转移至层析柱中，取20mL甲苯，洗涤蒸发皿，均转移至层析柱中，弃去甲苯洗脱液，取甲醇适量，洗涤蒸发皿，均转移至层析柱中，收集甲醇洗脱液于25mL量瓶中，至近刻度，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

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

$$\frac{A \times V_2 \times 100}{X} = \frac{\dots}{\dots}$$

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；
- V₀—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“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

- 1. 银杏叶、三七、红景天：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 2. 微晶纤维素、交联聚维酮、玉米淀粉、羧甲淀粉钠、硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3. 胃溶型薄膜包衣预混剂（羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、二氧化钛、滑石粉、亮蓝铝色淀）

项 目	指 标
来源	羟丙甲纤维素、聚乙二醇6000、二氧化钛、滑石粉、亮蓝铝色淀
制法	经配料、混合、包装等主要工艺加工制成
感官要求	色泽均匀的粉末，无臭
分散均匀性	应符合规定
水分，%	≤8
炽灼残渣，%	≤45
重金属，mg/kg	≤20
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