

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G20210059

海诺通牌海蜇多肽银杏叶松籽软胶囊

- 【原料】 银杏叶提取物、松籽提取物、海蜇多肽粉
- 【辅料】 大豆油、明胶、纯化水、甘油、蜂蜡、焦糖色、对羟基苯酸乙酯
- 【生产工艺】 本品经混合、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	囊皮呈棕褐色，内容物呈棕色
滋味、气味	内容物具有中药气味，味苦
性状	软胶囊，外形圆整光洁，富有弹性，内容物为粘稠液体
杂质	无正常视力可见外来杂质

【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
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
灰分，%	≤1.0	GB 5009.4
铅（以Pb计），mg/kg	≤0.5	GB/5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.11
总汞(以Hg计)，mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.05	GB 5009.15
六六六，mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19
酸价, mgKOH/g	≤2.0	GB/T 5009.37
过氧化值, g/100g	≤0.2	GB/T 5009.37
蛋白质, g/100g	≤4	GB 5009.5
对羟基苯酸乙酯, g/kg	≤0.5	《中华人民共和国药典》
银杏酸, mg/kg	≤0.33	《中华人民共和国药典》
黄曲霉毒素B ₁ , μg/100g	≤5.0	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

【功效成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 功效成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
银杏叶总黄酮, g/100g	≥1.5	1 总黄酮的测定
γ-亚麻酸, g/100g	≥0.1	2 保健食品中α-亚麻酸、γ-亚麻酸的测定

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 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;
 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。

2 保健食品中 α -亚麻酸、 γ -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））

2.1 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 $C_{16}\sim C_{22}$ 不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0.050 μg 、 α -亚麻酸为0.030 μg 。

本方法最佳线性范围：0~0.50mg/mL。

2.2 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。

2.3 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯

2.3.1 正己烷：沸点68.7℃。

2.3.2 0.5mol/L氢氧化钾甲醇溶液：称取28g KOH溶于1000mL甲醇。

2.3.3 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。

2.3.4 α -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.5 γ -亚麻酸甲酯>99.0%。

2.3.6 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。

2.3.7 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。

2.4 仪器

2.4.1 气相色谱仪：附氢火焰（FID）检测器。

2.4.2 数据处理机或积分仪。

2.4.3 分析天平：1/10000。

2.4.4 分析天平：1/1000。

2.4.5 加热式磁力搅拌器。

2.4.6 标准磨口烧瓶（50mL）和直形冷凝管。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样制备

2.5.1.1 脂肪的提取：按GB/T 5009.6中规定的方法提取。

2.5.1.2 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。

2.5.1.3 甲酯化：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。

2.5.2 气相色谱参考条件

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

2.5.2.2 柱箱温度：215℃。

2.5.2.3 进样口温度：250℃。

2.5.2.4 检测器温度：260℃。

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

2.5.3 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。

- 2.5.4 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。
- 2.6 分析结果：试样中α或γ-亚麻酸测定结果按（1）式计算
- 2.6.1 计算

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

(1)

式中：

χ—α或γ-亚麻酸含量，%；

A₁—试样中α或γ-亚麻酸甲酯色谱峰面积或峰高；

A₂—标准使用液色谱峰面积或峰高；

ρ—标准使用液浓度，mg/mL；

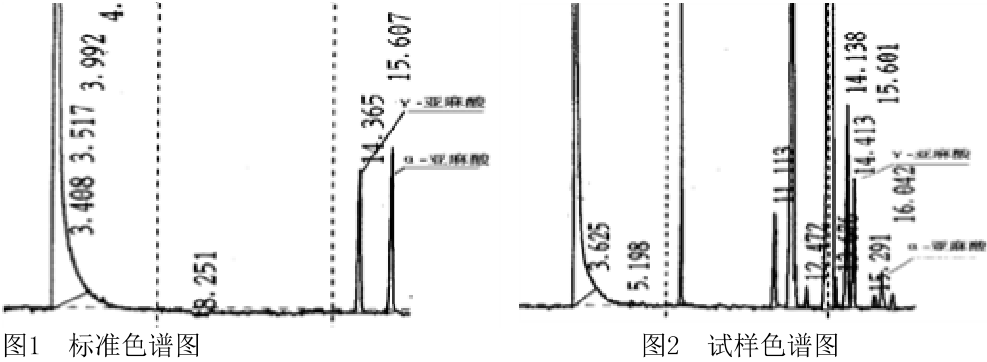
v—正己烷定容体积，mL；

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。

- 2.6.2 结果表述：计算结果保留三位有效数字。
- 2.7 技术参数：相对标准偏差<10%，回收率93.0%~101.7%。
- 2.8 色谱参考图



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。

【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. 银杏叶提取物

项 目	指 标
来源	银杏（Ginkgo biloba L.）叶 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经粗粉碎、提取（10倍量80%食用酒精回流提取3次，每次3h）、合并提取液、ZTC+1天然澄清剂沉降、超滤、浓缩、喷雾干燥（进风温度180~200℃，出风温度90~100℃）、包装等主要工艺制成
感官要求	黄色或褐黄色无定形粉末
得率，%	5
总黄酮醇苷，%	10~15

萜类内酯, %	2.5~3.75
槲皮素, mg/kg	≤10
山奈素, mg/kg	≤10
异鼠李素, mg/kg	≤4.0
总银杏酸	≤10
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
乙醇, %	≤0.2
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤40
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

2. 松籽提取物

项 目	指 标
来源	松籽 应符合食品安全国家标准的规定
制法	经粉碎、CO ₂ 超临界萃取(40℃, 35MPa, 90min)、分离釜分离、低温富集(-60℃, 原油:食用乙醇=1:10)、乳化、喷雾干燥(进风温度180℃, 出风温度80℃)、包装等主要工艺制成
感官要求	淡黄色或棕黄色无定型粉末, 具特殊气味, 具吸湿性
水分, %	≤5
灰分, %	≤5
γ-亚麻酸(HPLC), %	≥20
铅(以Pb计), mg/kg	≤1.5
砷(以As计), mg/kg	≤0.5
汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3
六六六, mg/kg	≤0.1
滴滴涕, mg/kg	≤0.1
菌落总数, CFU/g	≤1000
大肠菌群, MPN/100g	≤40
霉菌, CFU/g	≤25
酵母, CFU/g	≤25
致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)	不得检出

3. 海蜇多肽粉

项 目	指 标
来源	盐渍海蜇
制法	经脱盐脱矾、匀浆、酶解(中性蛋白酶, 50℃, 酶解2h)、酶灭活(沸水, 10min)、浓缩、膜过滤、喷雾干燥(进风温度125~130℃, 出风温度80~85℃)等主要工艺制成
感官要求	淡黄色粉末, 具正常滋味、气味, 少许腥味, 无杂质
水分, %	≤10.0
灰分, %	≤10.0
蛋白质, %	≥50.0
脂肪, %	≤5.0
多肽含量及分布	多肽含量(以干基计), % ≥50.0
	分子量小于2500D占多肽比例, % ≥80.0

	分子量小于1500D占多肽比例, %	≥50
铅 (以Pb计), mg/kg		≤1.5
砷 (以As计), mg/kg		≤1.0
汞 (以Hg计), mg/kg		≤0.3
镉 (以Cd计), mg/kg		≤0.1
菌落总数, CFU/g		≤100
大肠菌群, MPN/100g		≤30
霉菌, CFU/g		≤25
酵母, CFU/g		≤25
致病菌 (沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌、溶血性链球菌)		不得检出

4. 大豆油: 应符合GB/T 1535《大豆油》的规定。

5. 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。

6. 纯化水: 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. 蜂蜡: 应符合GB/T 24314《蜂蜡》的规定。

9. 焦糖色: 应符合GB 1886.64《食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色》的规定。

10. 对羟基苯酸乙酯: 应符合GB 1886.31《食品安全国家标准 食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯》的规定。