

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20200432

宜衡牌枳椇女贞五味子胶囊

【原料】 枳椇子提取物、女贞子提取物、五味子提取物

【辅料】 糊精、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、制粒、干燥、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】

铝箔应符合YBB00152002的规定，PVC硬片应符合YBB00212005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	内容物呈棕色
滋味、气味	具本品应有的滋味、气味，无异味
性状	硬胶囊，完整光洁，无破损；内容物为颗粒和粉末
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
水分，%	≤9	GB 5009.3
灰分，%	≤10	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《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	≤0.1	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.1	GB/T 5009.19

【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
总黄酮(以芦丁计), mg/100g	≥35	1 总黄酮的测定
五味子醇甲, mg/100g	≥250	2 五味子醇甲的测定

1 总黄酮的测定

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6g左右试样(精确到0.001g), 加乙醇定容至25mL, 摇匀后, 超声提取20min, 放置, 吸取上清液3.0mL, 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;
 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 五味子醇甲的测定

2.1 原理: 将试样中的木脂素提取后, 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, 适用于以北五味子为主要原料生产的保健食品中五味子醇甲的定量分析。

2.2 试剂

2.2.1 水: 双重蒸馏水。

2.2.2 甲醇: 色谱纯。

2.2.3 高效液相色谱流动相: 等度淋洗。

2.2.4 五味子醇甲标准品: 含量大于98% (HPLC)。

2.2.5 五味子醇甲标准溶液的配制: 配制五味子醇甲标准储备液, 浓度为3mg/mL, 再以此储备液配制成标准系列溶液, 浓度范围为0.02~1mg/mL; 标准溶液用甲醇配制。

2.3 仪器

2.3.1 高效液相色谱仪: 双高压输液泵, 附紫外检测器。

2.3.2 超声波清洗器。

2.3.3 离心机。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样处理: 精密称取粉碎后的样品4g左右 (精确到0.001g), 置20mL具塞锥形瓶中, 加入甲醇约18mL, 超声提取20min, 取出, 静置待冷, 加甲醇至刻度。试样溶液过0.45 μm 油膜, 滤液进行色谱分析。

2.4.2 测定

2.4.2.1 色谱条件

2.4.2.1.1 色谱柱: 反相 C_{18} 柱, 5 μm , 100Å, 4.6 $\times$ 250mm。

2.4.2.1.2 紫外检测器: 检测波长254nm。

2.4.2.1.3 等度淋洗条件: 甲醇/水=77/23 (v/v), 流速: 1mL/min。

2.4.2.1.4 柱温: 35℃。

2.4.2.2 标准曲线的制备: 将标准系列溶液取10 μL 进HPLC分析, 用峰面积对浓度计算五味子醇甲的标准回归曲线。

2.4.2.3 试样测定: 取10 μL 试样净化液进行高效液相色谱分析, 以绝对保留时间定性, 用峰面积通过五味子醇甲的标准曲线定量计算试样中的含量。

2.5 结果计算

$$X = \frac{C \times 20 \times 100}{m}$$

式中:

X—试样中五味子醇甲的含量, mg/100g;

C—试样溶液中五味子醇甲的含量, mg/mL;

m—试样质量, g。

分析结果保留三位有效数字。

【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. 枳椇子提取物

项 目	指 标
来源	鼠李科植物北枳椇 <i>Hovenia dulcis Thunb.</i> 的干燥成熟种子
制法	经提取（浸泡2h，10、8倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、减压干燥（-0.06~-0.08MPa，≤70℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
得率，%	约15
感官要求	棕色粉末
粒度	80 目
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤8
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥100
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	≤0.1
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

2. 女贞子提取物

项 目	指 标
来源	木犀科植物女贞 <i>Ligustrum lucidum Ait.</i> 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（浸泡2h，10、8倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、减压干燥（-0.06~-0.08MPa，≤70℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
得率，%	约18
感官要求	棕色粉末
粒度	80目
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤8
特女贞苷，%	≥2
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
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. 五味子提取物

--	--

项 目	指 标
来源	木兰科植物五味子 <i>Schisandra chinensis</i> (Turcz.) Baill. 的干燥成熟果实 应符合《中华人民共和国药典》的规定
制法	经提取（浸泡2h，10、8倍量水煎煮提取2次，每次2h）、浓缩、减压干燥（-0.06~-0.08MPa，≤70℃）、粉碎、包装等主要工艺制成
得率，%	约12
感官要求	浅黄色粉末
粒度	80目
五味子醇甲，%	≥3.5
干燥失重，%	≤5
灰分，%	≤8
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	≤0.1
滴滴涕，mg/kg	≤0.1
菌落总数，CFU/g	≤3×10 ⁴
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. 糊精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 硬脂酸镁：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
