

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20060376

康佳福牌决明子银杏叶左旋肉碱胶囊

【原料】 决明子、荷叶、茯苓、泽泻、银杏叶、小麦胚芽粉、左旋肉碱

【辅料】 无

【生产工艺】 本品经提取（加水煎煮提取2次，第一次10倍量水2.5h，第二次8倍量水1.5h）、浓缩、喷雾干燥（入口温度140~160℃，出口温度60~80℃）、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】 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	内容物呈棕黄色
滋味、气味	具本品特有的滋味和气味，无异味
性状	硬胶囊，表面光洁，外形完整；内容物为粉末
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
总蒽醌（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/kg	64~96	1 总蒽醌的测定
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤10.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.5	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	≤0.08	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.08	GB/T 5009.19

1 总蒽醌的测定

1.1 仪器

1.1.1 725型分光光度计。

1.1.2 沸水浴箱。

1.1.3 全玻回流装置。

1.2 试剂

1.2.1 混合酸溶液：25%盐酸2mL加冰醋酸18mL。

1.2.2 混合碱溶液：等体积10% NaOH和4% NH₃·H₂O。

1.2.3 乙醚：分析纯。

1.2.4 1,8-二羟基蒽醌对照品0.08mg/mL（临用时再用冰醋酸稀释10倍）。

1.3 样品测定：精密称取样品0.125g，置于100mL圆底烧瓶中，加混合酸溶液6mL，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两次，每次5mL，残渣再加混合酸溶液4mL，在沸水浴中回流15min，放冷，用乙醚20mL提取，并用乙醚洗涤两次，每次5mL，合并乙醚液于分液漏斗中，分别用水30、20mL振摇两次，弃去水洗液，乙醚液用混合碱溶液30、20、20mL提取三次，合并碱提取液，置于100mL容量瓶中，加混合碱溶液至刻度，混匀后取约50mL置于100mL锥形瓶中，称重（准确至0.01g），置沸水浴中回流30min，取出，迅速冷至室温，称重，补加10%氨水液到原来重量，混匀待测。同时分别取含蒽醌0.03mg/mL的标准溶液0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL置10mL比色管中，加混合碱溶液至刻度，混匀，于暗处放置30min，取混合碱溶液为空白，在525nm波长处，分别测定样品和各标准溶液的吸光度值，求回归方程并计算样品中总蒽醌的含量。

1.4 结果计算

$$X = \frac{A \times 10 \times 100}{W}$$

式中：

X—样品中总蒽醌含量（以1,8-二羟基蒽醌计），mg/100g；

A—样品相当于标准系列中蒽醌的mg数；

W—样品质量，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
总黄酮（以芦丁计），mg/100g	≥203	1 总黄酮的测定
左旋肉碱，g/100g	≥4.63	2 左旋肉碱的测定

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；

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。

2 左旋肉碱的测定（来源于《保健食品检验与评价技术规范》（2003年版）中“肉碱的测定”）

2.1 范围

本方法规定了片剂、胶囊保健食品中肉碱的测定方法。

本方法适用于以肉碱为主要原料的片剂、胶囊中肉碱的测定。

本方法最低检出量为0.27μg。

本方法最佳线性范围：0.050mg/mL～2.0mg/mL。

2.2 原理：试样中的肉碱以0.5mmol/L的盐酸超声提取，反相色谱分离，与标准品的保留时间比较定性，以峰面积外标法定量。

2.3 试剂

除特殊说明，所用试剂均为分析纯；实验用水为去离子水或同等纯度的蒸馏水。

2.3.1 磷酸氢二钾。

2.3.2 辛烷磺酸钠。

2.3.3 0.50mmol/L盐酸。

2.3.4 肉碱标准溶液：精密称取干燥至恒重的肉碱标准品（含量98%）0.0200g，用0.50mmol/L盐酸溶解并定容为10.0mL，此溶液浓度为2.0mg/mL。

2.4 仪器

2.4.1 HPLC系统：配有紫外检测器和色谱工作站。

2.4.2 超声波提取器。

2.4.3 溶剂微孔过滤器带0.45μm水相滤膜。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样预处理：准确称取粉碎并混合均匀的试样0.50g（含肉碱约40mg）；液体试样取5.0mL，于50m

L容量瓶中，加入0.50mmol/L盐酸约35mL，超声提取10min，用0.50mmol/L盐酸定容，混匀，过滤，弃初滤液数毫升，收集滤液，过0.45μm水相滤膜，为试样处理液。供HPLC分析。

2.5.2 试样分析

2.5.2.1 色谱条件：Shim-pakCLC ODS柱，4.6×200mm，10μm。

2.5.2.2 流动相：0.05mol/L（3.4g）磷酸氢二钾溶液，0.002mol/L辛烷磺酸钠；10%乙腈；pH2.5。

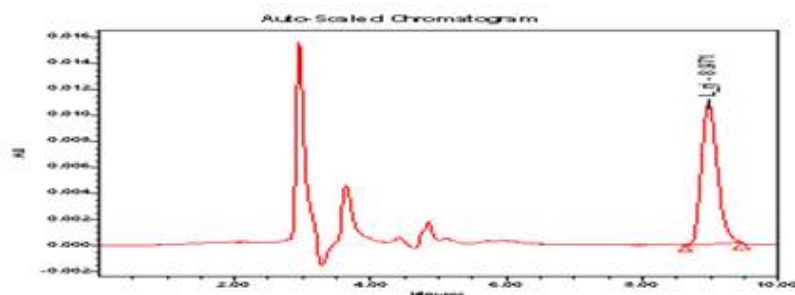
2.5.2.3 流速：0.8mL/min。

2.5.2.4 检测器：紫外检测器；检测波长210nm。

2.5.3 标准曲线：分别取标准溶液0.0、0.25、0.50、1.0、2.0、2.5、5.0mL标准溶液（2.3.4）于5mL比色管中；用0.50mmol/L盐酸稀释并定容为5.0mL，分别进样20μL进行色谱分析。用标准浓度-峰面积绘制标准曲线。

2.5.4 试样测定：取20μL试样处理液（2.5.1）注入色谱仪中，以保留时间定性，面积定量。

2.5.5 色谱图



2.5.6 分析结果表述：试样中肉碱的含量按2.5.6.1式计算

2.5.6.1 计算

$$X = \frac{C \times V}{m}$$

式中：

X—试样中肉碱的含量，mg/g；

m—试样质量，g；

C—试样处理液中肉碱的浓度，mg/mL；

V—试样处理液体积，mL。

2.5.6.2 结果表示：结果保留三位有效数字。

2.6 技术参数：重复测定值的RSD小于6.0%。

回收率：90.3~101.1%。

【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. 决明子、荷叶、茯苓、泽泻、银杏叶：应符合《中华人民共和国药典》的规定。

2. 小麦胚芽粉：应符合LS/T 3210《小麦胚（胚片、胚粉）》的规定。

3. 左旋肉碱：应符合GB 1903.13《食品安全国家标准 食品营养强化剂 左旋肉碱（L-肉碱）》的规定。
